N° d'ordre 18

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE TROISIÈME CYCLE

(Spécialité : MÉTROLOGIE)

par

Jean-Pascal VALENTIN

Licencié es Sciences

ÉTUDE

D'UN POSEMÈTRE EN MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE

Soutenue le 12 JUIN 1962

devant la Commission d'Examen

MM. P. MESNAGE, Président

R. POTIER, Examinateur

R. CHALÉAT, Examinateur

N° d'ordre 18

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE TROISIÈME CYCLE

(Spécialité : MÉTROLOGIE)

par

Jean-Pascal VALENTIN

Licencié es Sciences

ÉTUDE

D'UN POSEMÈTRE EN MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE

Soutenue le

devant la Commission d'Examen

MM. P. MESNAGE, Président

R. POTIER, Examinateur

R. CHALÉAT, Examinateur

LEIDEN

N° d'ordre 18

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE TROISIÈME CYCLE

(Spécialité : MÉTROLOGIE)

par

Jean-Pascal VALENTIN

Licencié ès Sciences

ÉTUDE

D'UN POSEMÈTRE EN MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE

Soutenue le

devant la Commission d'Examen

MM. P. MESNAGE, Président

R. POTIER, Examinateur

R. CHALÉAT, Examinateur

UNIVERSITE
DE
BESANCON

FACULTE DES SCIENCES

Doyen Honoraire : M. GLANGEAUD

Professeurs Honoraires : MM. BAILLAUD, TOURNEUX, TRILLAT, VINCENSINI, JULLIEN, THIRY

Maître de conférences honoraire : M. GRANIER.

DOYEN : M. JACQUEMAIN : Chimie appliquée

ASSESSEUR : M. MESNAGE : Chronométrie

PROFESSEURS : MM. TRONCHET - Botanique
DUFFIEUX - Physique Générale
CHATELET - Mathématiques
PERROT - Chimie Générale
DREYFUSS - Géologie-Minéralogie
THEOBALD - Paléontologie et Géologie stratigraphique
CROISOT - Méthodes mathématiques de la Physique
DELHAYE - Astronomie
QUANTIN - Botanique
CHALEAT - Mécanique Appliquée
UEBERSFELD - Physique
RIPPLINGER - Zoologie
NAHON - Mécanique générale
BERNARD - Chimie Physique

MAITRES DE CONFERENCES

MM. PHAM MAU QUAN - Mathématiques
RIGAL - Calcul Numérique
BAILLAUD - Botanique
POTIER - Physique des solides
Mme ROZIS - Physique
MM. THIEBAUT - Géologie-Minéralogie
GOMOT - Biologie animale
VIENOT - Physique
MOTCHANE - Electronique
REAL - Zoologie

REMOND - Chargé d'enseignement de la Maîtrise de conférences de Chronométrie

SECRETAIRE PRINCIPAL - M. LAMBERT

- R E M E R C I E M E N T S -

Ce travail a été fait à la Faculté des Sciences de BESANCON au Laboratoire de Physique des Solides, sous la direction de Monsieur le Professeur R.POTIER : il m'a laissé libre de choisir ce sujet, auquel il s'est ensuite attaché ; ses amicales suggestions m'ont toujours été d'un grand secours. Qu'il veuille bien trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Je remercie Monsieur le Professeur P.MESNAGE qui s'est intéressé à ce travail et m'a permis d'utiliser certains appareils de l' E.N.S.C.M., ainsi que Monsieur le Professeur R.CHALEAT qui m'a beaucoup aidé lors de la préparation du deuxième sujet ; je les remercie également d'avoir bien voulu faire partie de mon jury de thèse.

Je ne saurais oublier les personnes dont les conseils m'ont été très utiles : Madame AEBISCHER du Laboratoire d'Optique de la Faculté des Sciences de BESANCON, Monsieur CARLIER et Monsieur KLEIN des Usines "ALSTHOM" de BELFORT.

Enfin je remercie mes camarades de Laboratoire et en particulier Messieurs CABALA et PERNEY qui ont consacré une partie de leur temps à m'aider ainsi que le personnel de l'atelier de mécanique de l'E.N.S.C.M.

- S O M M A I R E -

Après avoir exposé les raisons qui motivent l'emploi d'un posemètre en microscopie électronique, nous traitons dans une première partie du principe de l'appareil et de son étude théorique ; un assez long développement est consacré au calcul des dimensions des "nids d'abeilles" utilisés pour la suppression de l'émission secondaire et des réflexions primaires. Nous parlons ensuite de la réalisation pratique du posemètre. Un dernier chapitre est consacré à l'étude de l'amplificateur de courant continu : les intensités recueillies sont de l'ordre de 10^{-8} à 10^{-12} ampère ; après amplification elles sont de l'ordre du milliampère.

Le début de la deuxième partie consiste en un rappel des lois régissant la sensitométrie des émulsions photographiques ; nous exposons ensuite la méthode expérimentale suivie et nous donnons les résultats obtenus, relatifs au tracé des courbes caractéristiques des couches électrosensibles étudiées. Nous remarquons que la partie rectiligne de ces courbes n'est atteinte que pour la densité 1, et nous en déduisons le tracé des courbes d'étalonnage du posemètre. Nous terminons en donnant un aperçu des autres possibilités qu'offre l'appareil.

- I N T R O D U C T I O N -

Nous nous proposons de rechercher une méthode de mesure du flux d'électrons impressionnant une émulsion "électrosensible" en microscopie électronique, et de déterminer le temps de pose correct à utiliser lors de la prise de vue. Cette détermination est généralement faite par évaluation de l'éclairement de l'écran fluorescent, les utilisateurs ne disposant pas, pour la plupart, d'un appareil de mesure du flux incident. Or, pour de nombreuses raisons, cette estimation est erronnée ; nous en donnerons quatre parmi les plus importantes :

1° - La partie linéaire de la courbe caractéristique (v. chapitre I, 2ème partie) d'une émulsion électrosensible n'est pas aussi étendue que celle d'une émulsion photosensible classique ; il arrive même fréquemment qu'elle ne puisse enregistrer les luminosités extrêmes d'une image ; il en résulte qu'il n'y a qu'un seul temps de pose correct (et non un domaine de temps comme en photographie photonique).

2° - La courbe de sensibilité spectrale de l'écran fluorescent n'est pas homologue de celle de l'émulsion utilisée : la brillance de l'écran fluorescent peut par conséquent induire en erreur l'expérimentateur se basant sur elle pour la détermination de son temps de pose.

3° - La sensibilité des plaques varie beaucoup avec leur vieillissement, ainsi qu'avec les différentes séries de fabrication pour une même émulsion.

4° - Enfin l'oeil n'est capable d'enregistrer les faibles éclairements de l'écran qu'après dix minutes d'accoutumance à l'obscurité.

Ces quelques raisons montrent que toutes les précautions prises lors de l'utilisation d'un microscope électronique n'auront servi à rien si la photographie, aboutissement de ces précautions, est faite dans de mauvaises conditions : ceci suffit à légitimer l'emploi d'un appareil de mesure du flux électronique.

P R E M I E R E P A R T I E

CHAPITRE I

PRINCIPE DE L'APPAREIL

Avant de l'exposer nous allons passer en revue les différents systèmes décrits dans la littérature (v.Bibliographie page 68).

VAN DORSTEN (1) (1950, microscope Philips), ENNOS (2) (1951, photomètre Salford), KAESBERG (3) (1955), utilisent un photomètre à égalité de plages : un éclairement étalon variable est comparé à celui de l'écran fluorescent. Ce système offre l'avantage de ne nécessiter qu'un appareillage simple et robuste ; il a l'inconvénient de ne permettre qu'une mesure relative, et de passer par l'intermédiaire de l'écran fluorescent.

CUCKOW (4) (1946), BISHOP (5) (1950), FREI et HIRSFELD (6)(1951) GAUZIT (7) (1954), TRISTRAM (8) (1956, photomètre Souriau) mesurent l'éclairement de l'écran fluorescent à l'aide d'un photomultiplicateur extérieur appliqué contre la glace de la chambre d'observation du microscope. L'appareil est couteux et présente encore l'inconvénient de passer par l'intermédiaire de l'écran fluorescent.

HAMM (9) (1951), A.MATHIEU - SICAUD (10)(1954), BAHR (11) (1956) captent les électrons incidents à l'aide d'une sonde intérieure, et mesurent la différence de potentiel créée aux bornes d'une très forte résistance interposée entre la sonde et la terre. Les sondes utilisées n'étaient pas protégées contre la réflexion des électrons primaires et l'émission d'électrons secondaires. De plus les courants captés étant très faibles il était nécessaire d'isoler soigneusement la sonde de la masse.

Nous avons cependant utilisé une idée analogue, mais une réalisation toute différente. Elle nous a permis d'obtenir des mesures absolues et d'étendre le champ d'application de notre montage à d'autres domaines que celui de la mesure des temps de pose : utilisation en jauge à vide, mesure du coefficient d'absorption des spécimens étudiés, mesure du coefficient d'émission secondaire d'un métal.

PRINCIPE DE L'APPAREIL

Le flux électronique primaire est recueilli par un ensemble de cellules spéciales pouvant de substituer à l'écran fluorescent. On évite ainsi l'intermédiaire de l'écran et les inconvénients qui résultent de son emploi. Nous avons disposé six cellules isolées les unes des autres, de façon à permettre une détermination locale du temps de pose. Chacune est conçue de sorte que l'émission secondaire et les réflexions primaires soient réduites au minimum. L'intensité recueillie sera l'intensité incidente si nous réussissons à rendre négligeables ces deux phénomènes.

Nous amplifions ensuite et mesurons le courant de fuite entre une cellule et la masse du microscope à l'aide d'un picoampèremètre amplificateur de courant continu. Nous verrons que ce courant de fuite est effectivement égal au courant recueilli par la cellule (v. schéma de principe, p. 6 fig. 1)

Nous étudierons en détails dans les deux chapitres qui vont suivre, d'une part la cellule intérieure, d'autre part le système amplificateur du courant. La deuxième partie de ce travail rappelle quelques notions fondamentales sur les couches sensibles et donne les résultats expérimentaux obtenus particulièrement dans le tracé des courbes caractéristiques des émulsions électrosensibles.

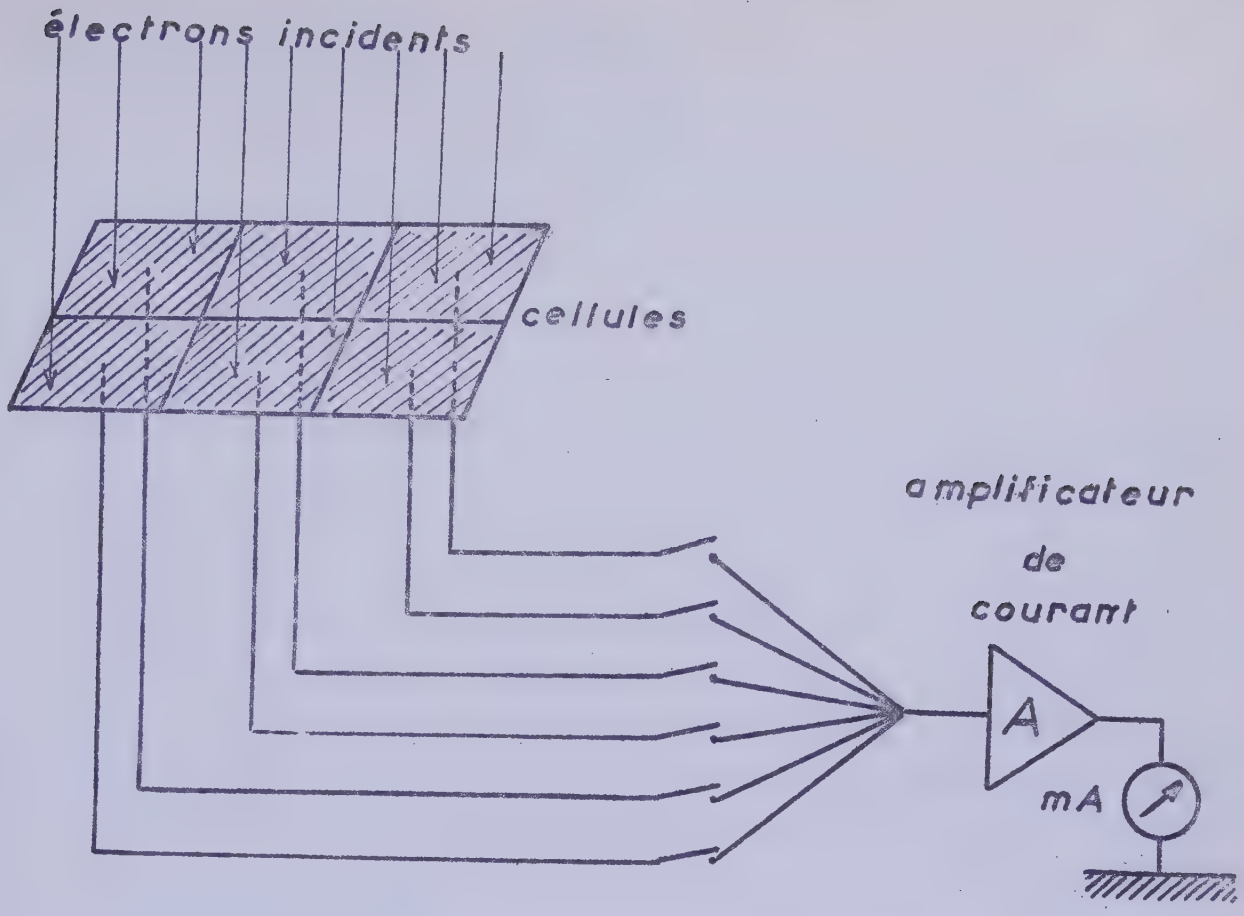


fig.1 - SCHEMA DE PRINCIPE

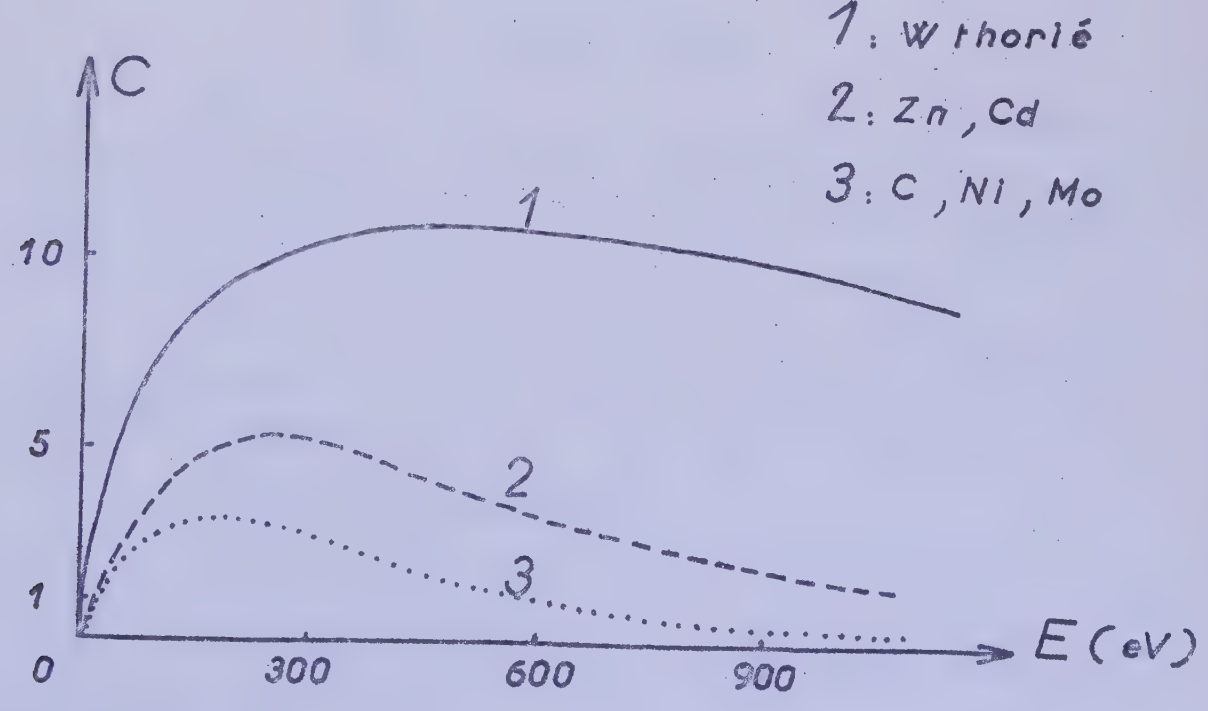


fig.2 - EMISSION SECONDAIRE

CHAPITRE II

- LA CELLULE -
ETUDE THEORIQUE ET REALISATION PRATIQUE

De récentes études ont confirmé la différence fondamentale qui existe entre l'action des photons et celle des électrons sur une émulsion de AgBr (12). Il faut plusieurs dizaines de photons pour réduire un grain de AgBr, alors qu'un seul électron suffit pour réduire un grain et même plusieurs (13). Cette très grande sensibilité aux électrons des émulsions photographiques, nécessite une détermination précise du flux incident ; c'est à dire que notre cellule devra recueillir tous les électrons du faisceau primaire et les transmettre intégralement à l'appareil de mesure. Il est donc important d'éviter l'émission secondaire et la réflexion des électrons primaires sur la cellule de captage.

1° - L'émission secondaire

Rappelons que l'émission secondaire est caractérisée par un coéfficient C défini par :

$$C = \frac{\text{nombre d'électrons réémis}}{\text{nombre d'électrons incidents}}$$

Pour des énergies de l'ordre de 300 à 800 eV C est important (il peut atteindre suivant les métaux des valeurs de 9 ou 10). Pour les énergies utilisées en microscopie électronique C est inférieur à 1. (v. fig.2) (9) (14), et l'énergie des électrons secondaires émis peut atteindre 50 eV (15).

On sait que C varie avec l'angle d'incidence du faisceau primaire incident, la rugosité des surfaces-cibles et que les électrons secondaires sont répartis spatialement suivant la loi de LAMBERT - (16) (35)

Influence de l'angle d'incidence

ALLEN (17) a montré que C varie avec l'angle d'incidence θ suivant la relation :

$$C_\theta = \frac{K}{\cos \theta} \qquad \text{ou} \qquad K = \text{Cste} = C_0$$

(v. fig3)

Loi de LAMBERT

Le nombre des électrons secondaires émis dans un petit angle solide $d\hat{a}$ faisant avec la normale un angle $\hat{i}$ est proportionnel à $d\hat{a}\cos\hat{i}$

2° - Réflexion des électrons

Définissons comme pour l'émission secondaire un taux de réflexion t :

$$t = \frac{\text{nombre d'électrons réfléchis}}{\text{nombre d'électrons incidents}}$$

Il varie avec la nature des métaux, la rugosité des surfaces bombardées, l'angle d'incidence, l'énergie du faisceau primaire. Les lois de cette réflexion sont mal connues, mais l'expérience montre que t atteint facilement des valeurs de l'ordre de 1/2 : ce phénomène sera donc aussi important que celui de l'émission secondaire pure.

Influence de l'angle d'incidence

Un électron arrivant sur une surface suivant une certaine incidence aura plus de chances d'être réfléchi qu'un électron arrivant perpendiculairement à cette même surface, la probabilité de choc étant plus grande. En première approximation nous admettrons que la réflexion suit la même loi que l'émission secondaire, tant que l'angle d'incidence reste petit.

$$t_\theta = \frac{K}{\cos\theta} \qquad \text{ou} \quad K = \text{Cste} = t_0$$

Répartition spatiale des électrons réflèchis :

Dans notre cas le faisceau d'électrons primaires tombe à peu près perpendiculairement à la surface de la cellule. Les réflexions se font donc en majorité perpendiculairement. Là encore nous admettrons que les électrons réfléchis se répartissent spatialement, suivant la loi de LAMBERT, autour de la direction privilégiée de réflexion (ici la perpendiculaire).

3° - Suppression de l'émission secondaire et de la réflexion

Nous disposons au-dessus de la plaque réceptrice, un "nid d'abeilles" formé de petits cylindres creux juxtaposés : les parois de ces cylindres absorberont la plus grande partie des électrons réémis tant par émission secondaire que par réflexion (v. p. 9 fig. 4). Un dispositif semblable est d'ailleurs utilisé par la maison Philips pour revêtir les anodes de ses tétrodes par exemple. (16).

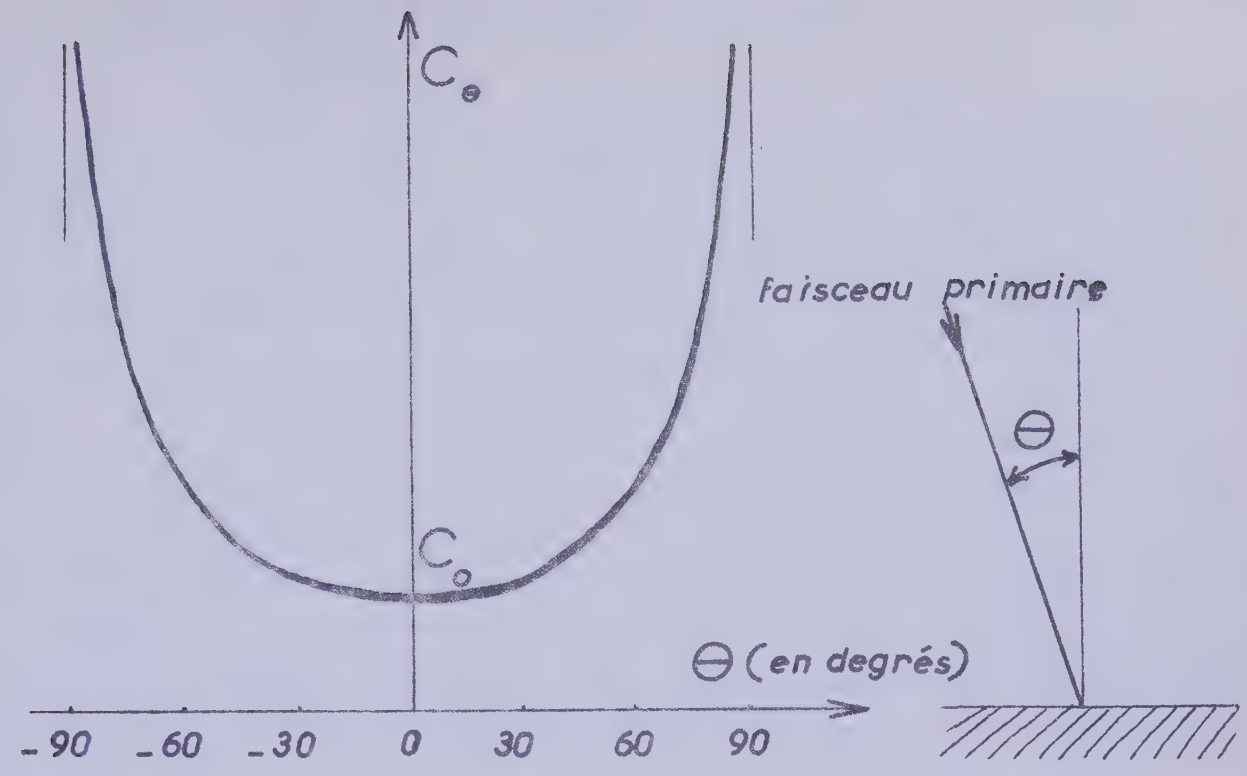
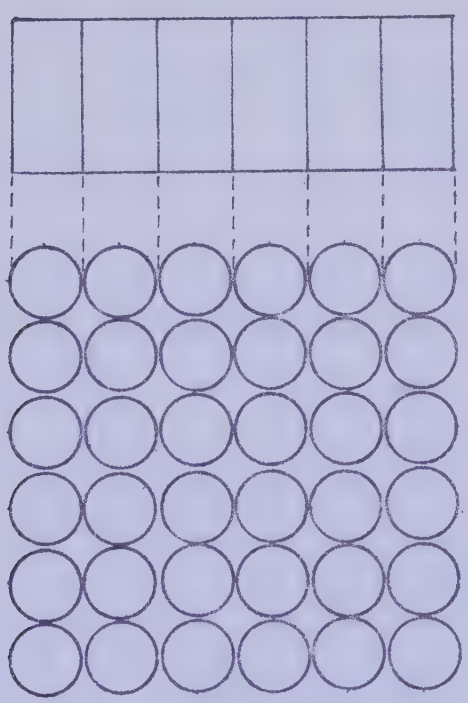


Fig.3 - INFLUENCE DE L'ANGLE D'INCIDENCE



vue de côté

vue de haut

fig.4 - "NID D'ABEILLES"

4° - Etude de la limitation de l'émission secondaire suivant le rapport l/h d'un cylindre

Soient h la hauteur du cylindre et 2l le diamètre de sa base. Une partie des électrons réémis par la base du cylindre est reprise par le cylindre lui même et absorbée ; le reste s'échappe par l'ouverture du haut. Le cylindre est lui aussi soumis au bombardement électronique, le faisceau incident n'étant pas exactement perpendiculaire à la base, il faudra donc tenir compte aussi de l'émission supplémentaire qui en résulte.

Dans la partie calcul qui va suivre nous avons, par esprit de simplification, introduit systématiquement de nombreuses approximations qui pourront sembler parfois assez grossières. Le résultat obtenu et le choix fait pour le rapport l/h justifieront par la suite ces dernières. Nous admettrons en particulier que les émissions et réflexions se produisent de façon homogène sur toute la surface considérée ; nous admettrons aussi que l'angle d'incidence du faisceau reste le même en tous points de cette surface.

Emission de la base du cylindre

(v. p. 11 fig. 5)

Soient N_{ob} le nombre d'électrons primaires arrivant sur le cercle de base et N_{1b} le nombre d'électrons secondaires émis dans toutes les directions par cette base. Le faisceau électronique arrive sur la base suivant l'angle d'incidence θ .

$$N_{1b} = \frac{C_o \, N_{ob}}{\cos \theta}$$

Considérons un petit élément dS du cercle de base, entourant le point A de coordonnées polaires r et Φ

Soit dN_{1b} le nombre d'électrons secondaires émis par dS.

$$dN_{1b} = \frac{dS}{\pi \, l^2} \; N_{1b}$$ (en supposant homogène l'émission de la base)

$$dN_{1b} = \frac{r dr d\Phi}{\pi \, l^2} \; N_{1b}$$

Soit dN_{2b} le nombre d'électrons secondaires émis par dS dans l'angle solide élémentaire $d\hat{\Omega}$.

La loi de LAMBERT nous donne :

$$dN_{2b} = k \cos \hat{\alpha} \, d\hat{\Omega} \quad \text{avec } k = \frac{dN_{1b}}{2\pi}$$

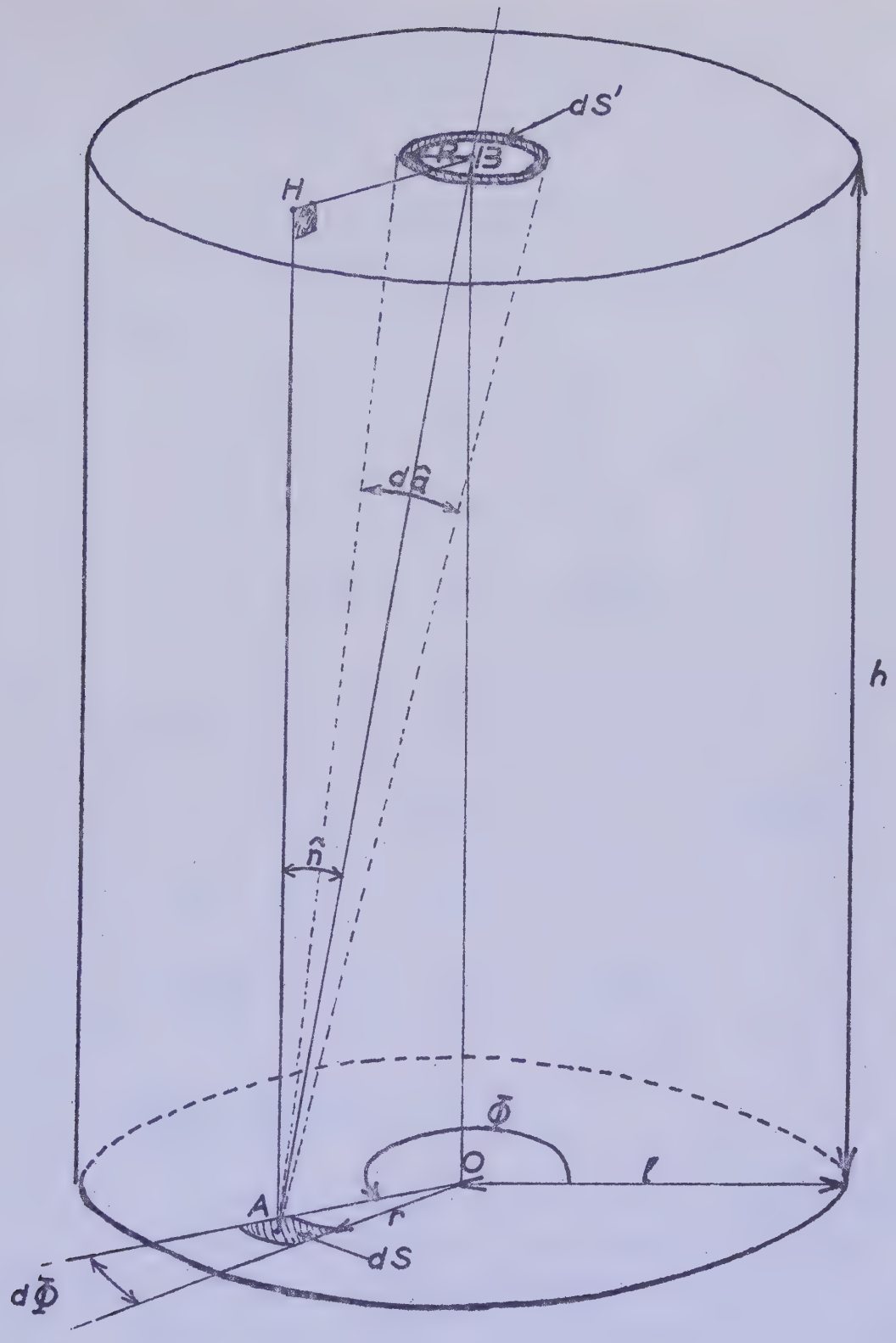


Fig.5 - EMISSION DE LA BASE

(2 π est l'angle solide total dans lequel les électrons sont émis)
En se rapportant à la figure 5 (p.11)

$$\cos \hat{n} = \frac{AH}{AB} = \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}}$$

Lorsque h reste assez grand devant l :

$d\hat{\omega} = \frac{dS' \cos \hat{n}}{\overline{AB}^2}$ dS' étant une couronne élémentaire de rayon R :

$$d\hat{\omega} = \frac{2\pi R dR}{(h^2 + r^2)} \cdot \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}}$$

L'expression de dN_{2b} devient donc :

$$dN_{2b} = \frac{N_{1b}}{2\pi} \cdot \frac{r dr d\Phi}{\pi l^2} \cdot \frac{h^2 2\pi R dR}{(h^2+r^2)^2}$$

D'où N_{2b} le nombre d'électrons secondaires émis par la base et sortant du cylindre :

$$N_{2b} = N_{1b} \frac{h^2}{\pi l^2} \int_0^1 \int_0^1 \int_0^{2\pi} \frac{r R dr dR d\Phi}{(h^2+r^2)^2}$$

L'intégration est facile, on trouve :

$$(1) \quad \frac{N_{2b}}{N_{ob}} = \frac{C_o}{\cos \theta} \times \frac{1}{2} \left(1 - \frac{h^2}{h^2 + l^2}\right)$$

Emission du cylindre

(v.p.13 fig. 6)

Supposons le cylindre soumis sur toute sa surface latérale intérieure, à un bombardement d'incidence θ' en tous points.

Soient N_{oc} le nombre d'électrons primaires arrivant sur la surface latérale et N_{1c} le nombre d'électrons secondaires émis dans toutes les directions par cette surface.

$$N_{1c} = \frac{C_o N_{oc}}{\cos \theta'}$$

Considérons un petit élément dS de la surface latérale, entourant le point A de coordonnées cylindriques y, Φ et l.

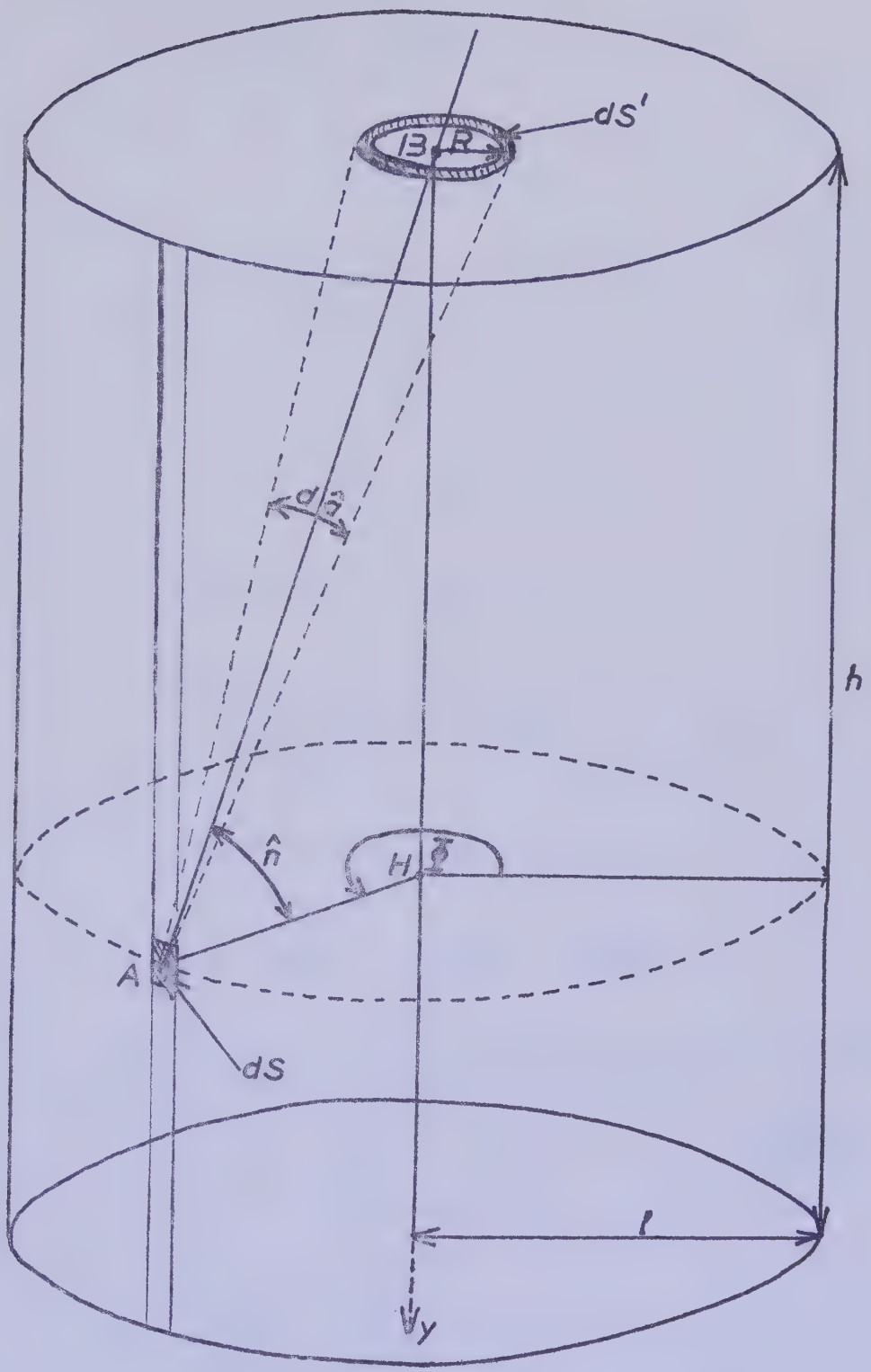


fig. 6 - EMISSION DU CYLINDRE

Soit d N_{1c} le nombre d'électrons secondaires émis par dS :

$$dN_{1c} = \frac{dS}{2\pi lh} \; N_{1c}$$

$$= \frac{l\,dy\,d\Phi}{2\pi lh} \; N_{1c}$$

Soit dN_{1c} le nombre d'électrons secondaires émis par dS dans l'angle solide élémentaire $d\hat{a}$.

$$dN_{2c} = k.\cos \hat{n}\, d\hat{a} \qquad \text{avec } k = \frac{dN_{1c}}{2\pi}$$

$$\cos \hat{n} = \frac{A\,H}{A\,B} = \frac{1}{\sqrt{y^2 + l^2}}$$

$$\sin \hat{n} = \frac{H\,B}{A\,B} = \frac{y}{\sqrt{y^2 + l^2}}$$

Lorsque h reste assez grand devant l :

$$d\hat{a} = \frac{dS' \sin \hat{n}}{\overline{AB}^2} = \frac{2\pi R dR}{(y^2 + l^2)} \cdot \frac{y}{\sqrt{y^2 + l^2}}$$

L'expression dN_{2c} devient donc :

$$dN_{2c} = \frac{N_{1c}}{2\pi} \cdot \frac{l\,dy\,d\Phi}{2\pi lh} \cdot \frac{l\,y\,2\pi R dR}{(y^2+l^2)^2}$$

D'où N_{2c} le nombre d'électrons secondaires émis par la face latérale intérieure et sortant du cylindre :

$$N_{2c} = N_{1c} \frac{1}{2\pi h} \int_0^l \int_0^h \int_0^{2\pi} \frac{R\,y\,dy\,dR\,d\Phi}{(y^2 + l^2)^2}$$

On trouve facilement :

$$(2) \qquad \frac{N_{2c}}{N_{oc}} = \frac{C_o}{\cos \theta'} \times \frac{1}{4h} \left(1 - \frac{l^2}{l^2 + h^2} \right)$$

5° - Etude de la limitation de la réflexion suivant le rapport l/h d'un cylindre

Réflexion sur la base du cylindre

Nous noterons :

- N_{ob} = le nombre d'électrons primaires arrivant sur le cercle de base.
- N'_{1b} = le nombre d'électrons réfléchis dans toutes les directions par cette base.
- dN'_{1b} = le nombre d'électrons réfléchis dans toutes les directions par dS
- N'_{2b} = le nombre d'électrons réfléchis et sortant du cylindre.
- dN'_{2b} = le nombre d'électrons réfléchis dans l'angle solide $d\hat{a}$ par dS
- θ = l'angle d'incidence du faisceau

$$N'_{1b} = \frac{t_o N_{ob}}{\cos \theta}$$

$$dN'_{1b} = \frac{dS}{r1^2} N'_{1b}$$, dS étant un petit élément de surface de la base.

La direction privilégiée de réflexion peut être assimilée à la perpendiculaire à la base, θ étant toujours petit. Nous écrirons donc comme pour l'émission secondaire :

$$dN'_{2b} = k \cos \hat{n} \, d\hat{a}$$

Les calculs sont identiques à ceux conduisant à la formule (1) ; nous obtenons :

$$(3) \quad \frac{N'_{2b}}{N_{ob}} = \frac{t_o}{\cos \theta} \cdot \frac{1}{2} \left(1 - \frac{h^2}{h^2 + l^2} \right)$$

Réflexion sur le cylindre

Le calcul est inutile ; il est en effet évident qu'il sera pratiquement impossible à un électron réfléchi par le cylindre de ressortir par la face supérieure.

Il nous reste à étudier les mêmes phénomènes pour l'élément situé entre quatre cylindres cotangents (v.p. 17 fig 7).

La surface de l'aire hachurée est :

$$4\left(l^2 - \frac{\pi l^2}{4}\right) = \left(4 - \pi\right) l^2$$

Elle est égale à celle d'un carré de côté :

$$\sqrt{4 - \pi}\ l \simeq 0{,}93\ l$$

Nous assimilerons donc avec une approximation suffisante cet élément à un prisme de base carrée de côté = l et de hauteur = h.

6° - Etude de la limitation de l'émission secondaire suivant le rapport l/h d'un prisme :

Emission de la base du prisme
(v.p. 17 fig. 8)

Nous noterons :

- n_{ob} = le nombre d'électrons primaires arrivant sur la base d'un prisme
- n_{1b} = le nombre d'électrons secondaires émis dans toutes les directions par cette base.
- dn_{1b} = le nombre d'électrons secondaires émis dans toutes les directions par dS.
- n_{2b} = le nombre d'électrons secondaires émis par la base et sortant du prisme.
- dn_{2b} = le nombre d'électrons secondaires émis par dS dans l'angle solide dâ.
- θ = l'angle d'incidence du faisceau.

$$\therefore \quad n_{1b} = \frac{C_o\, n_{ob}}{\cos \theta}$$

Entourons le point A de coordonnées cartésiennes x et y, d'un petit élément dS = dxdy :

$$dn_{1b} = \frac{dS}{l^2}\ n_{1b} = \frac{dxdy}{l^2}\ n_{1b}$$

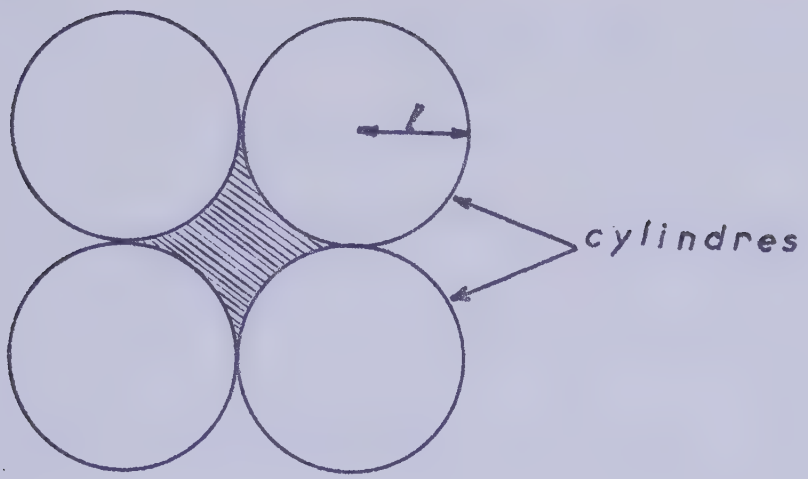


fig. 7 -

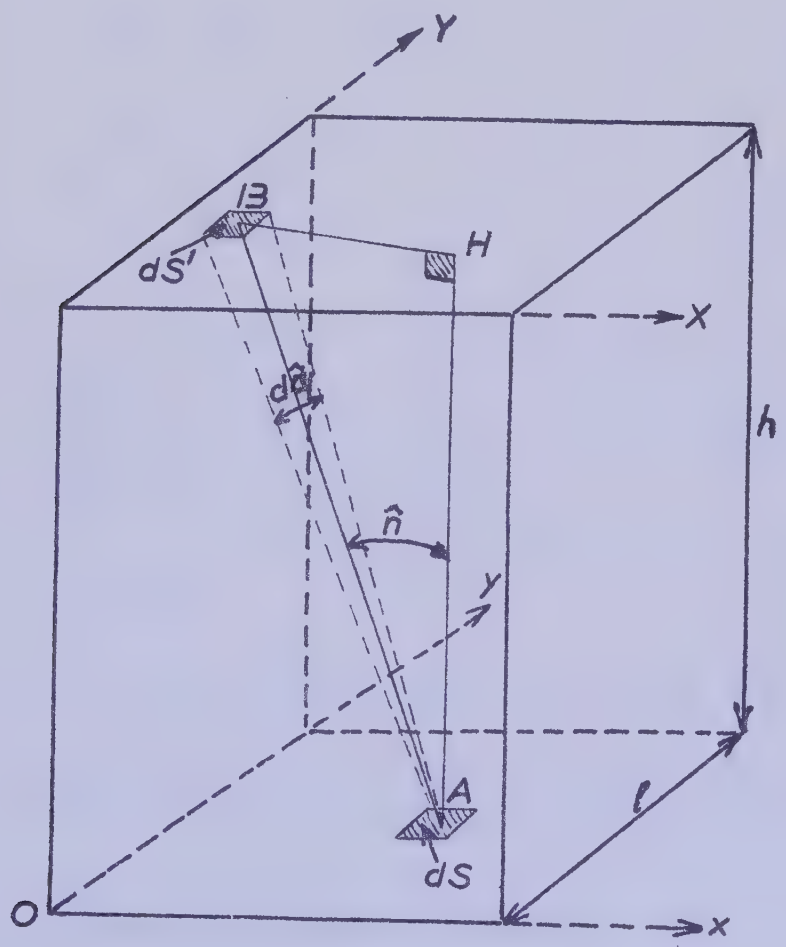


fig. 8 - EMISSION DE LA IBASE

REFLEXION SUR LA IBASE (même figure)

Suivant la loi de LAMBERT :

$$dn_{2b} = k \cdot \cos \hat{n}\, d\hat{a} \quad \text{avec } k = \frac{dn_{1b}}{2\pi}$$

$$\cos \hat{n} = \frac{h}{\sqrt{h^2 + (X - x)^2 + (Y - y)^2}}$$

X et Y étant les coordonnées du point B

$$d\hat{a} = \frac{dS' \cos \hat{n}}{\overline{AB}^2} = \frac{h\, dXdY}{\left(h^2 + (X-x)^2 + (Y-y)^2\right)^{3/2}}$$

dS' étant une surface = dXdY, entourant le point B

L'expression dn_{2b} devient donc :

$$dn_{2b} = \frac{n_{1b}}{2\pi} \cdot \frac{dxdy}{l^2} \cdot \frac{h^2\, dXdY}{\left(h^2 + (X-x)^2 + (Y-y)^2\right)^2}$$

D'où n_{2b} :

$$n_{2b} = n_{1b} \frac{h^2}{2\pi l^2} \int_0^l \int_0^l \int_0^l \int_0^l \frac{dxdydXdY}{\left(h^2 + (X-x)^2 + (Y-y)^2\right)^2}$$

L'intégration est longue et compliquée : il est plus facile de faire un développement limité du terme situé sous le signe somme en considérant h grand devant , x, y, X et Y. Le résultat justifie largement cette approximation.

Les calculs étant un peu fastidieux nous ne donnons ici que le résultat :

$$(4) \quad \frac{n_{2b}}{n_{ob}} = \frac{C_o}{\cos \theta} \cdot \frac{l^2}{2\pi h^2} \left[1 - \frac{2}{3} \frac{l^2}{h^2} + \frac{17}{30} \frac{l^4}{h^4} - 0\left(\frac{l^6}{h^6}\right) \right]$$

On peut vérifier que cette formule est valable même pour h = 2 l : on trouve un troisième terme déjà négligeable et égal à 0,035.

Emission des quatre faces latérales

(v.p.19 fig. 9)

Les notations sont identiques aux précédentes en remplaçant l'indice b par l'indice c. Nous supposerons toujours les cotés soumis sur toute

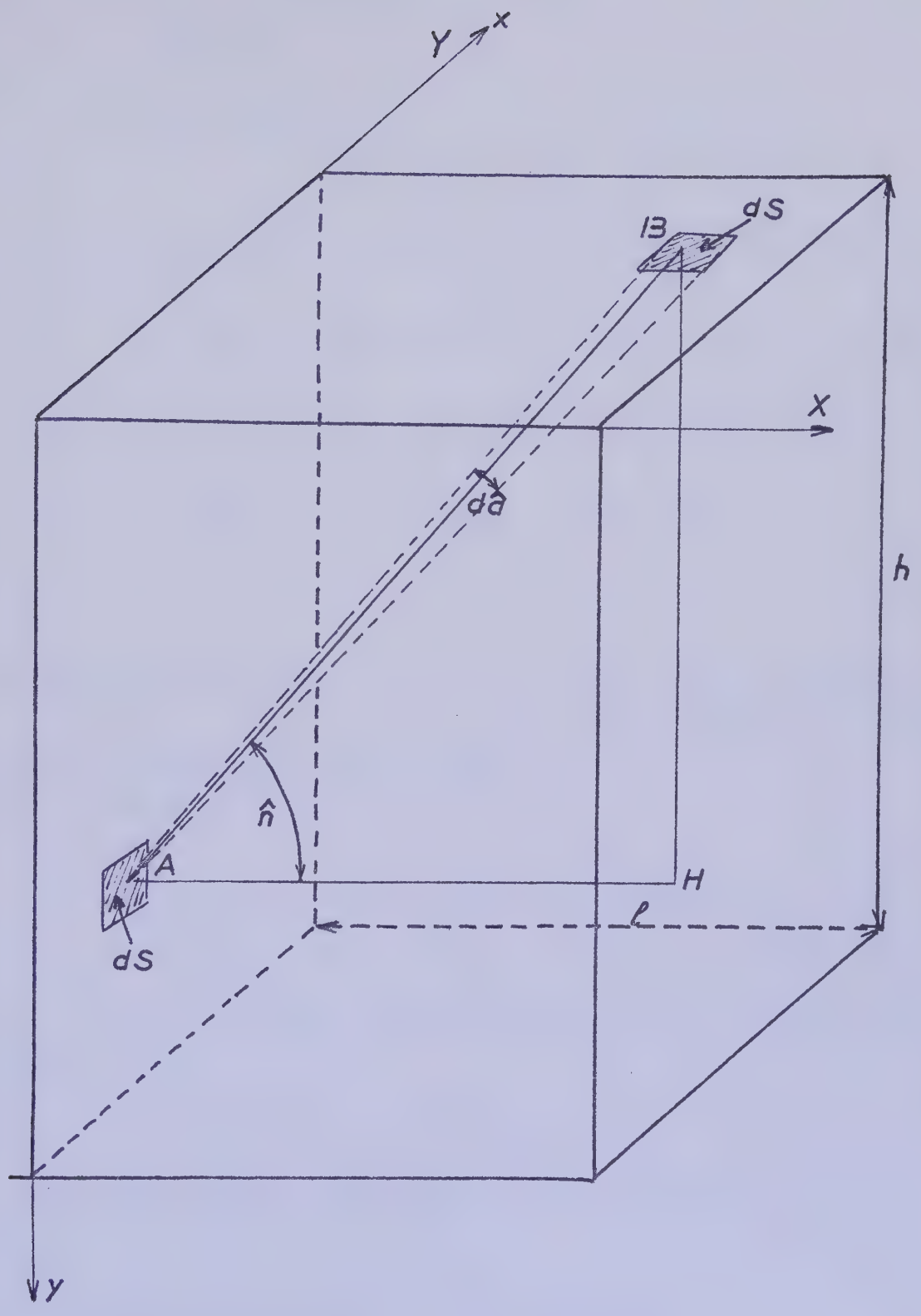


fig. 9 - EMISSION DES FACES LATERALES

leur surface à un bombardement d'incidence θ' en tous points. Les calculs étant semblables aux précédents nous donnons directement la valeur de n_{2c} :

$$n_{2c} = \frac{n_{1c}}{2\pi} \frac{1}{4hl} \int_0^h \int_0^l \int_0^l \int_0^l \frac{Xx \, dxdydXdY}{\left[X^2 + x^2 + (Y-y)^2\right]^2}$$

Intégrale qui s'effectue assez simplement sans approximation. On trouve :

$$(5) \quad \frac{n_{2c}}{n_{oc}} = \frac{C_o}{\cos \theta'} \cdot \frac{1}{8\pi} \left[\sqrt{1 + \frac{l^2}{h^2}} \operatorname{arctg} \frac{1}{h \sqrt{1 + \frac{l^2}{h^2}}} - \frac{h}{4l} \operatorname{Log} \frac{1 + \frac{2l^2}{h^2}}{\left(1 + \frac{l^2}{h^2}\right)^2} - \operatorname{arctg} \frac{l}{h} \right]$$

7° - Etude de la limitation de la réflexion suivant le rapport l/h d'un prisme

Réflexion sur la base du prisme

(v.p.17 fig. 8)

Les calculs sont identiques à ceux développés dans l'étude de l'émission secondaire de la base du prisme, en remplaçant C_o par t_o.

Soient n_{ob} le nombre d'électrons primaires arrivant sur la base et n'_{2b} le nombre d'électrons réfléchis par cette base et sortant du prisme.

Nous pouvons écrire directement :

$$(6) \quad \frac{n'_{2b}}{n_{ob}} = \frac{t_o}{\cos \theta} \cdot \frac{l^2}{2\pi h^2} \left(1 - \frac{2}{3} \frac{l^2}{h^2} + \frac{17}{30} \frac{l^4}{h^4} - \ldots\ldots\right)$$

Réflexion sur les faces latérales du prisme

Comme dans le cas du cylindre, les électrons réfléchis par les parois latérales sont pratiquement tous réabsorbés.

8° - Détermination du rapport l/h optimum

Nous allons tracer la courbe représentant le nombre total d'électrons sortant d'un cylindre et d'un prisme en fonction du rapport l/h. Il nous faut pour cela préciser les valeurs moyennes de C_o, t_o, θ et θ'.

La lentille projectrice du microscope électronique que nous utilisons étant située à environ 20 cm du plan de l'écran fluorescent et celui-ci couvrant une surface de 6×9 cm, nous prendrons comme angle d'incidence moyen

$$\theta = \frac{2 \text{ cm}}{20 \text{ cm}} = \frac{1}{10} \text{ radian}$$

L'angle θ' est le complément de θ les faces latérales étant perpendiculaires à la base. Nous prendrons :

$$\cos \theta \simeq 1$$

$$\cos \theta' = \sin \theta \simeq \theta = \frac{1}{10}$$

La littérature ne donne pas de valeurs précises des coefficients C_o et t_o aux grandes énergies. (14), (15), (16), (17), (18), (19), (20), (21). Nous pensons que les phénomènes seront bien représentés avec :

$C_o = 0,15$ $\quad$ $t_o = 0,35$ (V. 2° partie, chapitre III : "autres possibilités du posemètre")

Considérons donc un prisme et un cylindre ; la surface couverte par la base du cylindre est $\pi\, l^2$, celle couverte par la base du prisme est $(4 - \pi)l^2$. Soit N_o le nombre d'électrons qui arrivaient sur ces deux surfaces (dépourvues de faces latérales), par unité de temps. Plaçons nos petits cylindres : les électrons tombent sur les faces latérales et sur le fond. Nous avons admis qu'ils se répartissaient proportionnellement aux surfaces rencontrées et sur toutes les surfaces. Or la surface totale soumise au bombardement est, pour un cylindre et un prisme :

	$\pi\, l^2$	: base du cylindre
+	$(4 - \pi)l^2$	: base du prisme
+	$2\pi\, lh$	: face latérale du cylindre
+	$2\pi\, lh$	: face latérale du prisme.
=	$\pi\, l\, (4h + l + \frac{4 - \pi}{\pi} l) = S$	

On a donc immédiatement :

$$(7)\quad \begin{cases} N_{ob} = \dfrac{\pi l^2 N_o}{S} & N_{oc} = \dfrac{2\pi\, lh\, N_o}{S} \\ n_{ob} = \dfrac{(4-\pi) l^2 N_o}{S} & n_{oc} = \dfrac{2\pi\, lh\, N_o}{S} \end{cases}$$

Soit N_2 le total des électrons ressortant du prisme et du cylindre le rapport $\frac{N_2}{N_o}$ nous donnera le pourcentage des électrons non captés.

$$\frac{N_2}{N_o} = \frac{N_{2b} + N_{2c} + N'_{2b} + n_{2b} + n_{2c} + n'_{2b}}{N_o}$$

d'après (7)

$$\frac{N_2}{N_o} = \frac{\pi l^2}{S}\left(\frac{N_{2b}}{N_{ob}} + \frac{N'_{2b}}{N_{ob}}\right) + \frac{2\pi lh}{S} \cdot \frac{N_{2c}}{N_{oc}}$$

$$+ \frac{(4-\pi) l^2}{S}\left(\frac{n_{2b}}{n_{ob}} + \frac{n'_{2b}}{n_{ob}}\right) + \frac{2\pi lh}{S} \cdot \frac{n_{2c}}{n_{oc}} = F\left(\frac{l}{h}\right)$$

les termes $\frac{N_{2b}}{N_{ob}}$, $\frac{N'_{2b}}{N_{ob}}$, $\frac{N_{2c}}{N_{oc}}$, $\frac{n_{2b}}{n_{ob}}$, $\frac{n'_{2b}}{n_{ob}}$ et $\frac{n_{2c}}{n_{oc}}$

sont donnés par les équations (1), (2), (3), (4), (5), (6).

Nous avons tracé la courbe $\frac{N_2}{N_o} = F\left(\frac{l}{h}\right)$, avec les valeurs de C_o, t_o, Ω et θ' données plus haut. De l'examen de cette courbe (v.p.23 fig.10) nous avons déduit la valeur optimum à choisir pour le rapport l/h :

$$l/h = 1/6 \qquad \text{perte} \simeq 3\ \%$$

9° - Construction des cellules de réception

Etant limité en hauteur par des données d'ordre pratique, nous avons adopté pour h la valeur : 6 m/m. Pour conserver au rapport l/h la valeur choisie, l est pris égal à 1 m/m. La maison "Minitube" de Paris nous

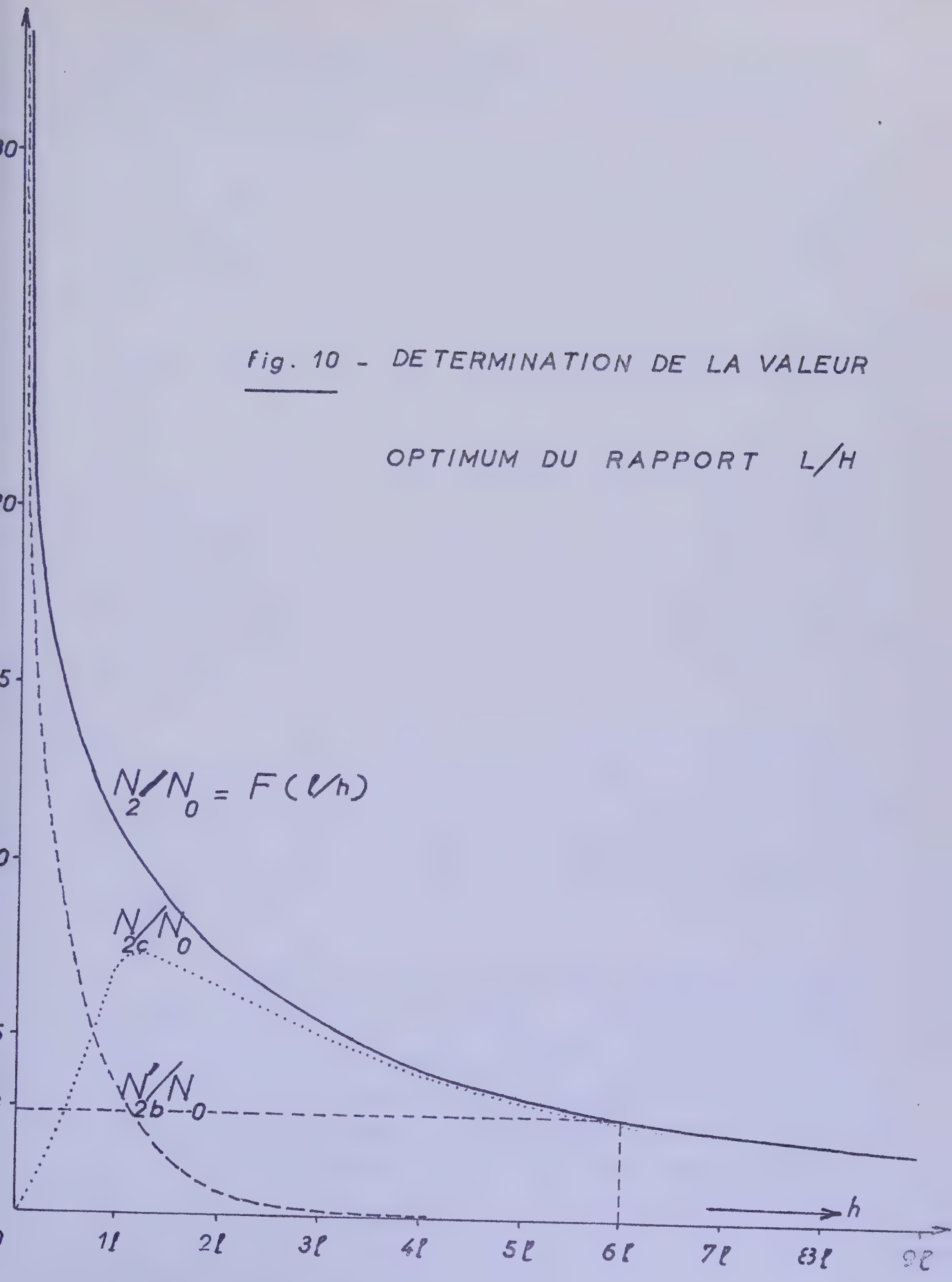


Fig. 10 - DETERMINATION DE LA VALEUR OPTIMUM DU RAPPORT L/H

a fourni les petits cylindres de nickel utilisés pour la fabrication de ces nids d'abeilles : leur épaisseur est de 5/100ème de millimètre (hauteur = 6 m/m, diamètre = 2 m/m).

Chaque cellule est faite d'une plaque carrée de nickel de 24m/m de côté, couverte de 144 cylindres rangés côte à côte et soudés par leur base à cette plaque. Cylindres et plaques sont en nickel, ce métal ayant un coefficient d'émission secondaire assez faible. (22), (35).

Les six cellules sont isolées entre elles et de la masse par une plaque de polyéthylène de 6×9 cm disposée au-dessus de l'écran fluorescent, sur un volet escamotable.

Enfin nous avons monté au-dessus de l'ensemble, une grille de fil très fin portée à un potentiel négatif par rapport à la masse. En effet, les électrons qui réussissent à sortir du nid d'abeilles sont pratiquement tous dûs à l'émission secondaire des cylindres. (v. courbe p. 23). Les plus énergétiques d'entre eux pourront donc être arrêtés par une barrière de potentiel de quelques dizaines de volts tandis que celle-ci n'influera pas sur la marche des électrons incidents dont l'énergie est de plusieurs dizaines de milliers de volts.

Les "Spiraux Français" de Besançon nous ont fourni un fil en alliage de nickel de 5/100ème de millimètre de diamètre et l'atelier de mécanique de l'E.N.S.C.M. nous a fabriqué un cadre muni de goupilles sur lequel est tressée la grille. Celle-ci est portée à un potentiel de -90 volts par rapport à la masse ; les électrons secondaires sortant des cellules sont repoussés et reviennent sur elles.

Il se posait encore un petit problème technologique : la sortie des fils, reliés aux cellules et à la grille, en dehors du microscope. Après avoir essayé des joints "d'Araldite", coulés avec des fils conducteurs dans la masse, nous avons préféré un joint de matière synthétique souple. Il est fait de deux surfaces de matière plastique ("Granil") entre lesquelles nous disposons les fils conducteurs et que nous collons à la piscéine : cette technique bien qu'apparemment un peu primaire nous a donné entière satisfaction.

CONCLUSION

Pour 1/h = 1/6, le pourcentage d'électrons s'échappant des cellules est réduit à environ 3% (v. courbe p. 23). Dans les mêmes conditions mais sans nids d'abeilles ce pourcentage serait de 50%.

Pour être, rigoureux il faut tenir compte des réflexions et de l'émission secondaire de la tranche des cylindres et de la grille. Avec un angle d'incidence moyen de 45° le pourcentage d'électrons réémis par celles-ci reste inférieur à 0,25% : c'est dire qu'il est négligeable.

La grille disposée au-dessus des cellules arrête la quasi-totalité des 3% d'électrons qui avaient réussi à sortir. Nous avons d'ailleurs vérifié expérimentalement que la suppression du potentiel de grille diminuait l'intensité recueillie d'environ 3%, ce qui confirmerait que les électrons ressortant des cellules sont effectivement peu énergétiques et dûs à l'émission secondaire des cylindres.

Nous pouvons finalement admettre que nous recueillons 99% des électrons incidents, donc que les mesures d'intensité seront des mesures absolues.

Ce résultat justifie les approximations faites lors du calcul du pourcentage d'électrons réémis, approximations nécessaires à la simplification des intégrales. Il nous suffit de savoir qu'avec la grille, le pourcentage des pertes est inférieur à 1%, sans chercher de précisions inutiles.

CHAPITRE III

- L' AMPLIFICATION -

Ce chapitre est consacré à la partie électrique et électronique du montage ; l'appareil de mesure utilisé nous a été prêté par l'E.N.S.C.M. : il s'agit du picoampèremètre P.A. 14 de la maison Lemouzy.

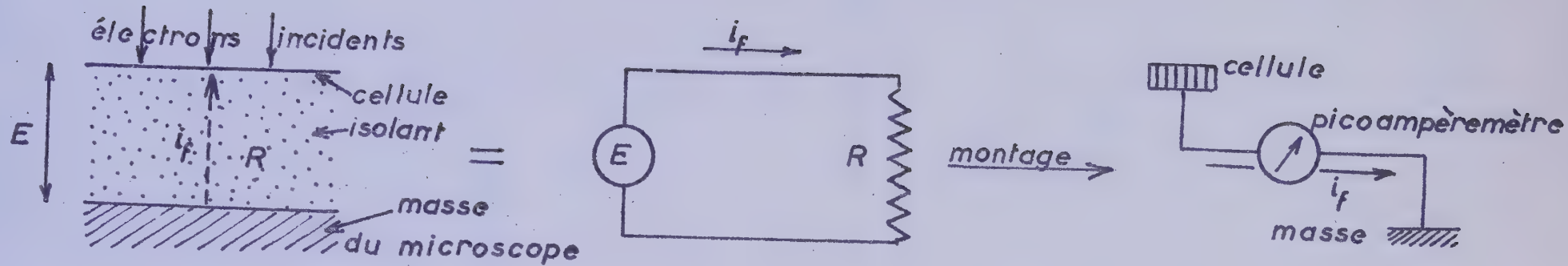
1° - Equivalent électrique de la cellule réceptive

Lorsqu'une cellule est soumise au bombardement électronique, elle se charge négativement : l'ensemble cellule, isolant, masse du microscope forme un condensateur de très faible capacité. Lorsque la tension entre les armatures devient suffisante, un courant de fuite prend naissance à travers l'isolant ; après une courte période il s'établit donc un régime permanent : la tension aux bornes de la capacité et le courant de fuite à travers l'isolant restent constants ; c'est à dire que les électrons arrivant sur la cellule viennent "combler" la fuite à travers l'isolant. On peut alors assimiler la cellule à une f.é.m. constante débitant dans une résistance de charge égale à la résistance d'isolement.
(v. fig. 11 p. 27)

Il suffit donc de brancher notre picoampèremètre en série dans le circuit : il mesurera la valeur du courant de fuite c'est à dire la valeur du courant électronique tombant sur la cellule réceptrice. Le montage est simple : la cellule est reliée à la borne d'entrée de l'appareil de mesure et l'autre borne à la masse du microscope.

2° - Principe de fonctionnement du picoampèremètre

Il utilise un tripôle d'impédance d'entrée pratiquement nulle, ce qui élimine l'erreur dûe à la consommation (v. p. 28 fig. 12). Pour ce faire les points 1 et 3 sont maintenus au même potentiel ; c'est par définition un court-circuit électronique. L'intensité inconnue i_x se transmet intégralement à R_o ; la chute de potentiel créée dans R_o est appliquée à l'entrée de l'amplificateur branché entre 1 et 2 : celui-ci débitera alors dans le milliampèremètre un courant $i = G\, i_x$, G étant le gain en courant. L'amplificateur est un amplificateur de courant continu,

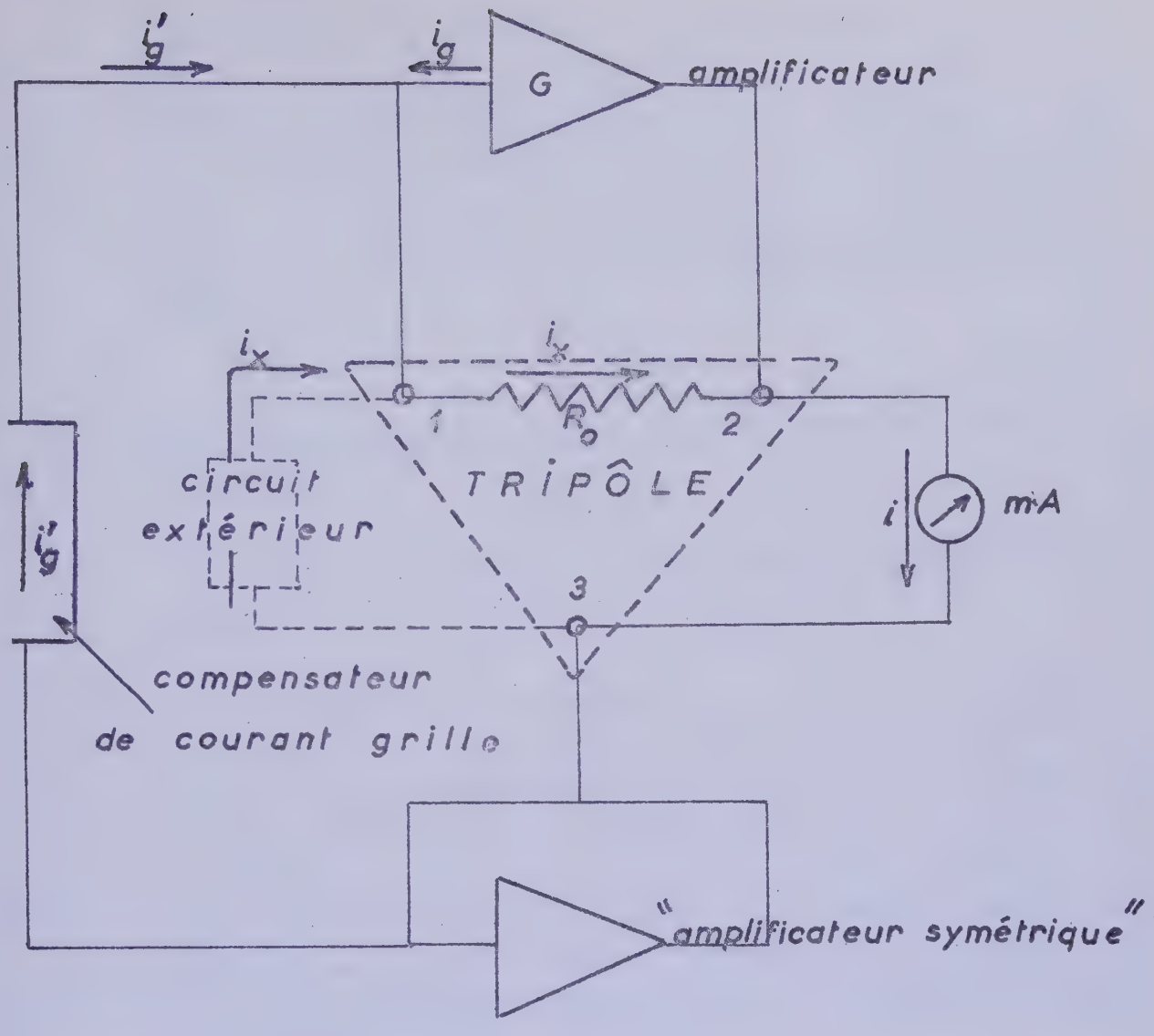


i_f = courant de fuite

R = résistance d'isolement

E = d.d.p entre les "armatures" du condensateur cellule - masse

fig. 11 - EQUIVALENT ELECTRIQUE DE LA CELLULE RECEPTRICE



G : gain en courant de l'amplificateur

i_x : intensité inconnue

i : intensité inconnue amplifiée - $i = G \cdot i_x$ -

i_g : courant de grille

i'_g : courant débité par le compensateur

$$|i_g - i'_g| \ll |i_x|$$

fig. 12 - PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU P.A.14

à deux étages ; le deuxième étage étant une triode montée en "cathode follower", on obtient un gain important en courant. Un "amplificateur" symétrique au premier est monté sur le point 3 : il ne joue aucun rôle dans l'amplification proprement dite, comme nous le verrons plus loin. Enfin un système compensateur du courant grille de la première lampe amplificatrice, permet de rendre celui-ci négligeable devant le courant ix inconnu.

3° - Etude détaillée du montage électronique (23), (24), (25), (26).
(v.p. 30 fig. 13)

En vue de simplifier le schéma on n'a pas représenté la partie alimentation, ni le compensateur de courant grille.

L'alimentation est classique : un double diode (EZ 80) débite dans une cellule de filtrage RC ; la tension continue obtenue est stabilisée par un stabilisateur OA2 : on obtient à la sortie une haute tension continue de 280 volts. Quant au compensateur de courant grille c'est une alimentation indépendante, à germanium, fournissant un courant continu réglable par rhéostat, courant que l'on envoie en opposition au courant grille dans la résistance de fuite = 680 k Ω . Enfin le contacteur à plots permettant de changer R_o n'a pas été représenté : il permet de faire varier R_o de 10^4 Ω à 10^{12} Ω .

Etudions le montage en détail : il comporte deux ponts à résistances, symétriques, formés chacun d'une partie du rhéostat de 150 kΩ, de R_1, R_2, R_3, R_5 et R_6. Le courant qui traverse chaque pont permet d'obtenir des points à potentiels variés s'échelonnant entre 0 et +280V. On polarise ainsi symétriquement les plaques des lampes L_1 et L_2 (points A_1 et A_2 à la sortie des résistances R_2), ainsi que les grilles et les cathodes, des lampes L_3 et L_4 (points B_1 et B_2 à la sortie des résistances R_3 ; points D_1 et D_2 à la sortie des résistances R_5). Les plaques de L_3 et L_4 sont reliées à la H.T. ; les grilles G_1 et G_2 de L_1 et L_2 le sont aux points D_1 et D_2, l'une directement (grille G_2), l'autre par l'intermédiaire de 680 k Ω + R_o. En l'absence de courant ix il n'y a pas de chute de potentiel dans R_o, ni dans la résistance de 680 k Ω (grâce au compensateur de courant grille) : les points G_1 et D_1 sont alors au même potentiel.

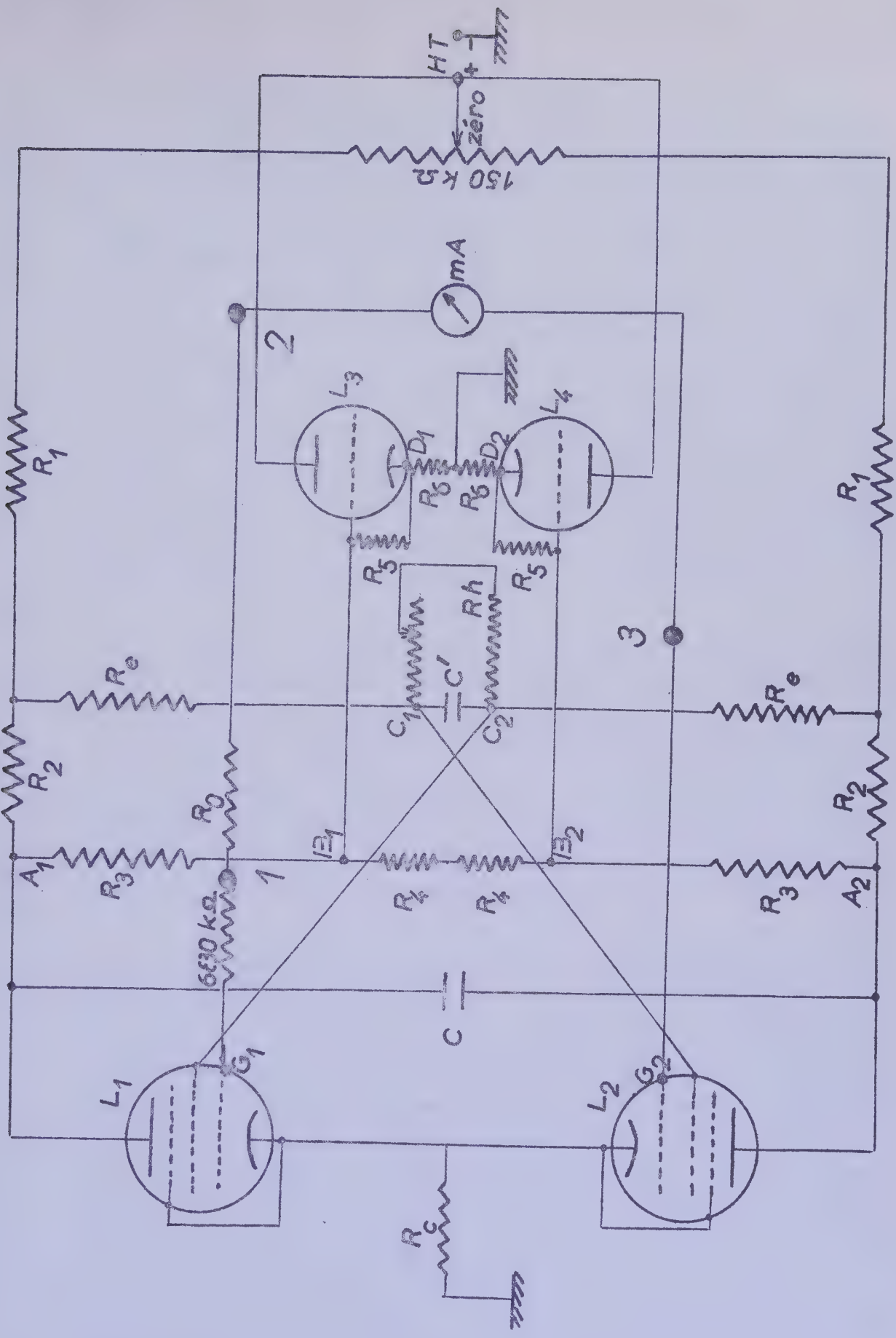


fig. 13 - ETUDE DETAILLEE du MONTAGE ELECTRONIQUE

Enfin un montage symétrique des écrans des penthodes L_1 et L_2 permet de rendre égal leur potentiel de polarisation ; on ajuste finement une fois pour toute la valeur de ce potentiel grâce au rhéostat de réglage Rh qui règle la valeur des courants d'écran traversant les résistances Re (résistances de polarisation d'écran). Le montage est entièrement symétrique sur tous les points : au repos (absence de courant ix) les lampes L_3 et L_4 ont leur potentiel de cathode égal. ($VD_1 = VD_2$; aucun courant ne traverse le milliampèremètre branché entre D_1 et D_2, ce qui implique que $VG_1 = VG_2$) (potentiel du point 1 = potentiel du point 3). On arrive très exactement à ce résultat en règlant le rhéostat de zéro : on ajuste ainsi les potentiels de polarisation de façon légèrement différente ce qui permet de rattraper les différences qui existent toujours entre deux lampes même très bien appariées. Ce réglage du zéro se fait avant chaque utilisation de l'appareil après une demi-heure de chauffage des tubes.

Branchons maintenant notre circuit à mesurer entre les points 1 et 3. Le courant inconnu ix créé une chute de potentiel dans la résistance R_o : un signal $\triangle Vg$ est appliqué à la grille G_1. Si l'on veut que l'appareil ne consomme aucun courant (élimination de l'erreur de consommation qui pour les faibles courants revêt une importance considérable), il est nécessaire que les points 1 et 3 restent constamment au même potentiel, ce qui revient à dire que l'impédance d'entrée doit rester nulle : nous allons voir qu'il en est effectivement ainsi.

Le signal $\triangle Vg$ appliqué à la grille G_1 provoque une variation du courant plaque de la lampe L_1, donc une variation du potentiel du point A_1, variation qui charge la capacité C branchée entre A_1 et A_2. Celle-ci se décharge à travers les R_3 et R_4 jusqu'à ce que $VA_1 = VA_2$. Un phénomène analogue se produit pour les points C_1 et C_2 : toute variation du potentiel du point C_2 sera équilibrée par le système RhC' ; on aura constamment $VC_1 = VC_2$. Les cathodes de L_1 et L_2 sont reliées entre elles, les potentiels d'écran et de plaque sont égaux entre eux, la chute de potentiel dûe au courant plaque doit être la même dans les deux tubes ; c'est à dire que la variation du courant plaque de L_1 sera suivie d'une variation égale du courant plaque de L_2. Les variations de courants et de tensions étant les mêmes pour les deux lampes, les potentiels des grilles G_1 et G_2 seront constamment les mêmes.

En résumé la lampe L_1 remplit deux rôles : d'une part elle amplifie la variation Δ Vg, d'autre part elle commande la lampe L_2 de façon à égaliser les potentiels des points 1 et 3 ; on voit que cette dernière ne joue aucun rôle dans l'amplification proprement dite et que son existence n'est justifiée que par l'obtention de ce résultat important :

$$V_1 = V_3 \quad \text{quel que soit} \quad ix$$

Le deuxième étage amplificateur est monté en "cathode follower" de sorte que l'on obtienne un gain important en courant. La variation de potentiel du point A_1 est transmise à la grille de la lampe L_3, qui verra son courant plaque varier. Le potentiel du point D_1 est donc variable suivant la valeur de ix, alors que celui du point D_2, relié du point 3 (grille G_2), reste constamment égal à celui du point 1. La lampe L_3 seule a un rôle d'amplificatrice dans le deuxième étage : elle débite dans le milliampèrenètre un courant i amplifié = G ix. La lampe L_4 n'est là que pour opposer son courant de repos à celui de la lampe L_3 et permettre ainsi une mesure plus facile quelle que soit la sensibilité choisie, le milliampèrenètre n'étant alors pas influencé par le courant de repos du deuxième étage amplificateur.

Cherchons la valeur du Gain G de l'ensemble :

$$V_1 - V_3 = 0 \qquad \text{ou} \qquad V_1 - VD_1 + VD_1 - V_3 = 0$$

$$V_1 - VD_1 = R_o\, ix$$

$$VD_1 - V_3 = Rm\, i$$

$$R_o\, ix = Rm\, i$$

} Rn étant la résistance du milliampèrenètre

$$G = \frac{i}{ix} = \frac{Ro}{Rm}$$

R_o varie de 10^4 à $10^{12}\,\Omega$ et Rn prend 3 valeurs, suivant la sensibilité choisie (x 10 ; x 5 ; x 2) :

x 10 : Rm = $10^4\ \Omega$

x 5 : Rm = $5.10^3\ \Omega$

x 2 : Rm = $2.10^3\ \Omega$

Le gain minimum possible est donc :

$$Gm = \frac{10^4}{10^4} = 1$$

Le gain maximum :

$$GM = \frac{10^{12}}{2.10^3} = 5.10^8$$

Le milliampèremètre donne sa déviation totale pour $i = 10^{-3}$ A.

La graduation comporte 100 divisions. On peut donc mesurer tous les courants continus compris entre $\frac{10^{-3}A}{Gm}$ et $\frac{10^{-3}\ A}{100\ GM}$

soit une gamme s'étendant de :

$$10^{-3}\ A \text{ à } 2.10^{-14}\ A$$

4° - Remarques d'ordre technologique (23)

On a pris certaines précautions particulières en vue de minimiser le courant grille de la 1° lampe amplificatrice : le filament de chauffage est sous alimenté et la valeur de la tension d'anode est choisie inférieure à la valeur normalement utilisée. Les lampes sont enfermées pour ne recevoir aucun rayon lumineux, une source de lumière placée à proximité pouvant faire doubler le courant grille. Ce dernier dans ces conditions est de l'ordre de 2.10^{-11} A ; le compensateur n'est donc utile que pour mesurer des courants inférieurs à 10^{-10} A. On arrive en soignant la compensation à rendre ce courant très petit, de l'ordre de $0,5.\ 10^{-13}$ A. Ces quelques précautions ont permis de se contenter de penthodes classiques (EF 86) et d'éviter l'emploi de "lampes électronètres". Les lampes du deuxième étage ne nécessitent pas l'utilisation d'un compensateur, leur courant grille étant négligeable devant l'intensité amplifiée que débite la lampe d'entrée : une double triode de puissance (12 AT 7) a été utilisée pour cet étage.

Théoriquement l'on pourrait augmenter encore le gain de l'amplificateur en donnant à R_o des valeurs supérieures à $10^{12}\ \Omega$; cette méthode deviendrait très vite illusoire, l'isolement de R_o par rapport à la masse ne pouvant croître indéfiniment. De plus la mesure des très faibles courants (au-dessous de 10^{-11} A) est très délicate les blindages ne suffisant plus à

annuler les effets de mains et autres courants parasites.

Dans ce montage l'isolement général de tous les points à haute impédance est d'environ $10^{15}\,\Omega$ par rapport à la masse.

5° - Influence de la résistance interne du circuit à mesurer

En réalité le tripôle n'est pas idéal ; il existe toujours entre le point 1 et le point 3 une légère différence de potentiel dûe à l'erreur sur le réglage du zéro et au fait que l'équilibrage du tripôle (que l'on réalise une fois pour toute par la manoeuvre du rhéostat Rh du circuit des écrans) n'est jamais parfait. L'erreur de réglage du zéro porte le potentiel du point 1 à la valeur v par rapport au point 3 : cette valeur est constante pour un réglage donné du zéro et indépendante du courant ix, donc de la tension $V_{2,3}$ aux bornes du milliampèremètre.

L'erreur d'équilibrage du tripôle rend différente de zéro l'impédance d'entrée du tripôle : un léger courant d'erreur s'établit entre 1 et 3, courant qui sera une fonction linéaire de ix. La tension d'erreur résultante sera donc une fonction linéaire de la tension $V_{2,3}$. La différence de potentiel totale $V_{1,3}$ sera la somme d'une valeur constante v et d'une valeur variant avec $V_{2,3}$, que nous prendrons égale à $\varepsilon V_{2,3}$.

$$V_{1,3} = v + \varepsilon V_{2,3}$$

Cherchons l'erreur introduite par cette d.d.p.
(v.p. 35 fig. 14)

Il passe dans le circuit à mesurer un courant d'erreur i' tel que :

$$i' = \frac{V_{1,3}}{R}$$

R, étant la résistance interne du circuit extérieur.

Il en résulte une d.f.p. supplémentaire entre 1 et 2 égale à $\frac{R_o}{R} V_{1,3}$. La d.d.p. d'erreur aux bornes du milliampèremètre sera donc :

$$\frac{R_o}{R} V_{1,3} + V_{1,3} = \Delta V_{2,3}$$

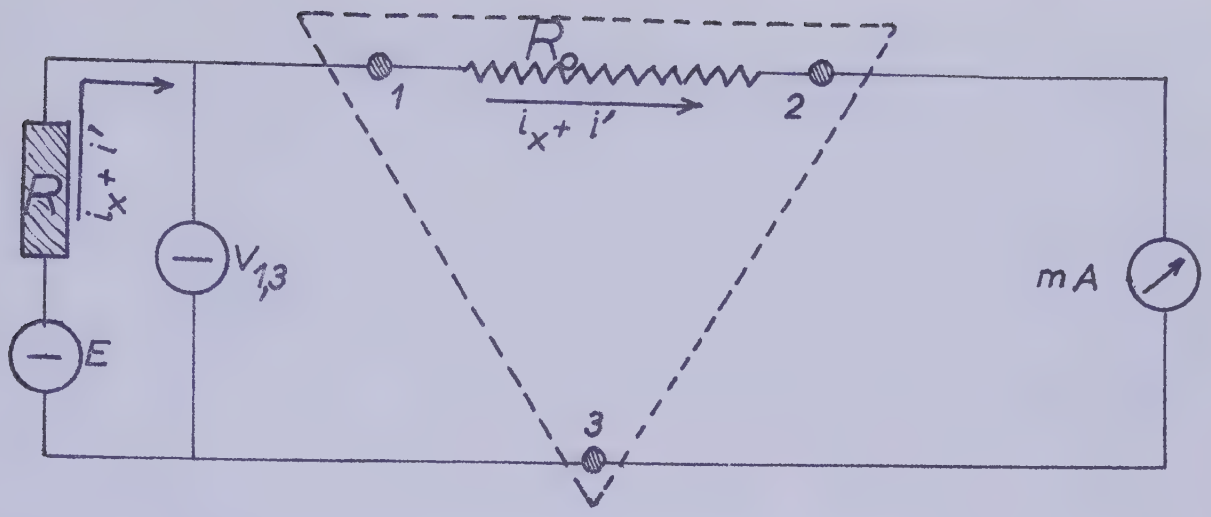


fig. 14 - INFLUENCE DE LA RESISTANCE INTERNE R

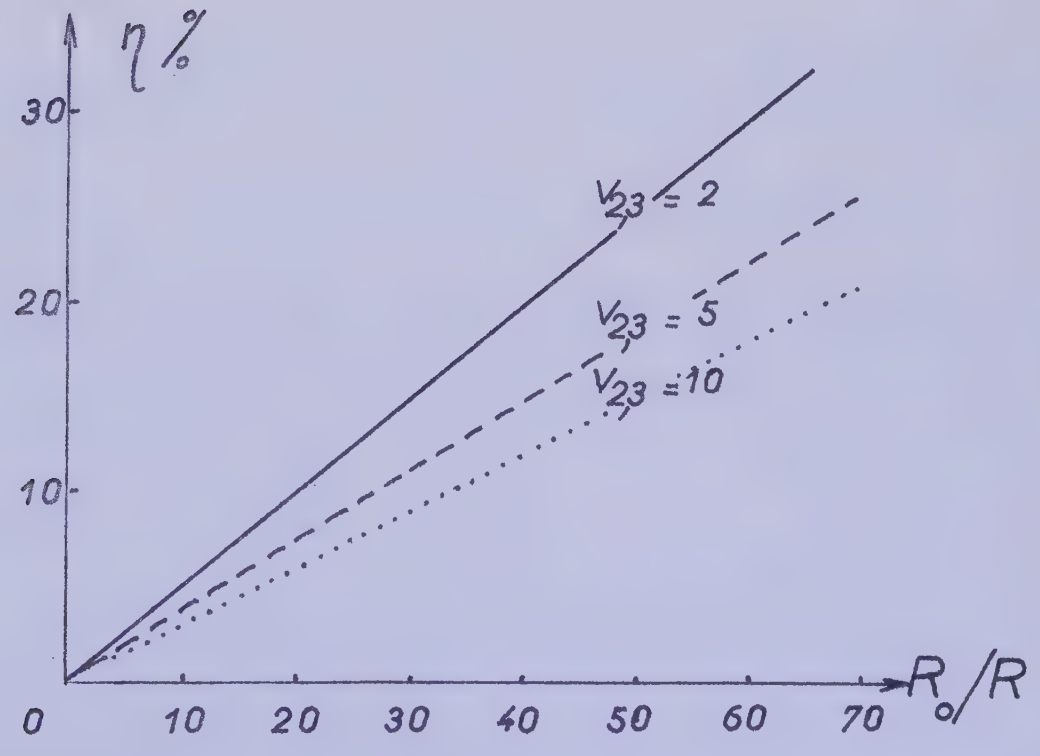


fig. 15 - REPRESENTATION DE η EN FONCTION DE R_o/R

L'erreur relative sera :

$$\eta = \frac{\Delta V_{2,3}}{V_{2,3}} = \frac{V_{1,3}}{V_{2,3}} \left(1 + \frac{R_o}{R}\right) = \left[\frac{v}{V_{2,3}} + \varepsilon\right] \left(1 + \frac{R_o}{R}\right)$$

Pour simplifier nous prendrons comme valeur de $V_{2,3}$ la tension obtenue pour la déviation totale du milliampèrenètre soit 2 volts sur la sensibilité x 2, 5 volts x 5, 10 volts x 10. Pour un bon équilibrage du tripôle $|\varepsilon| = 25.10^{-4}$, et un réglage soigneux du zéro permet d'obtenir $|v| \leqslant 5.10^{-3}$ volts. Nous avons tracé (v.p. 35 fig. 15) quelques courbes donnant η % en fonction de R_o/R. Un calcul simple montre que pour obtenir des mesures comportant moins de 1% d'erreur le rapport R_o/R doit rester inférieur à 1,5 pour la sensibilité x 2, 1,85 pour x 5 et 2,3 pour x 10.

6° - Résultats obtenus

Nous avons mesuré la résistance R d'isolement de nos cellules par rapport à la masse (résistance interne du circuit extérieur) : elle est de l'ordre de $5.10^{10}\ \Omega$. Cette valeur n'est pas très élevée, mais elle est amplement suffisante pour les mesures que nous voulons faire.

En se plaçant sur la sensibilité x 10, le rapport R_o/R doit rester inférieur à 2,3 si l'on veut obtenir une mesure à mieux de 1%. On choisira :

$$R_o < 2{,}3 \times 5.10^{10}\ \Omega \quad \text{soit } R_o = 10^{11}\ \Omega$$

Sur la sensibilité x 10 la résistance du milliampèremètre est de $10^4\ \Omega$, le gain sera $G = \frac{10^{11}}{10^4} = 10^7$. La déviation totale de l'appareil de mesure a lieu pour un courant de 1 mA ce qui représente une intensité inconnue ix :

$$ix = \frac{10^{-3}}{10^7} = 10^{-10}\ A$$

Une division du milliampèremètre correspond à un courant ix :

$$ix = \frac{1}{100}\ 10^{-10} = 10^{-12}\ A$$

Il est donc possible de mesurer avec nos cellules les courants compris dans la gamme 10^{-3} A - 10^{-12} A. Les mesures que nous avons faites ont montré que la gamme des courants obtenus effectivement étant de

10^{-8} A à 10^{-12} A, les valeurs courantes étant de l'ordre de 10^{-9} à 10^{-10} A ; (27), (28), (29).

Ces chiffres montrent en particulier qu'il n'était pas utile de chercher à obtenir une valeur très élevée de la résistance d'isolement des cellules. La valeur $R = 5.10^{10} \Omega$ est une valeur d'isolement courante ; son obtention ne nécessite pas des précautions particulières lors de la construction. Si nous avions cherché à obtenir un R très élevé (de l'ordre de $10^{14} \Omega$) il se serait posé de délicats problèmes propres aux hauts isolements, pour finalement un intérêt bien minime, les courants de l'ordre de 10^{-12} A n'étant déjà pratiquement pas utilisés en microscopie, les temps de pose devenant prohibitifs.

- Autres mesures de résistances d'isolement

Grille - Cellules = 10^{12} Ω

Entre cellules = 9.10^{11} Ω

D'autre part nous avons déterminé la valeur de la capacité cellule-masse : elle est de l'ordre de 2,5 pF.

Cette mesure permet de déterminer le temps nécessaire pour obtenir un régime stable du courant de fuite de cette capacité, courant de fuite, qui, rappelons le, représente le courant électronique recueilli par une cellule. Le résultat est classique :

$$t = R.C = 5.10^{10} \times 2,5\ 10^{-12} = 0,125 \text{ sec.}$$

La mesure peut donc être faite, aussitôt le branchement effectué.

D E U X I E M E P A R T I E

Cette deuxième partie rappelle quelques notions fondamentales sur les couches sensibles et donne les résultats expérimentaux obtenus, particulièrement dans le tracé des courbes caractéristiques des émulsions électrosensibles.

CHAPITRE I

RAPPELS SUR LES EMULSIONS PHOTOGRAPHIQUES

Soit Fo le flux incident sur une plage définie de l'image photographique étudiée et F le flux qu'elle transmet. (Nous ne tiendrons pas compte ici de l'effet Callier qui fait intervenir la nature de la source utilisée pour ces mesures).

On définit la transparence T :

$$T = F/Fo$$

et l'opacité O :

$$O = Fo/F$$

Nous utiliserons l'expression de la densité optique définie par HURTER et DRIFFIELD :

$$D = \log_{10} O = \log_{10} \frac{Fo}{F}$$

La densité optique d'un négatif dépend de l'énergie absorbée par la couche sensible pendant l'exposition, c'est-à-dire de l'intensité I du rayonnement photographié, de la durée t de l'exposition et de la composition spectrale du rayonnement incident, ceci pour un traitement chimique donné. La représentation de D = D (log It) est appelée courbe caractéristique de l'émulsion.

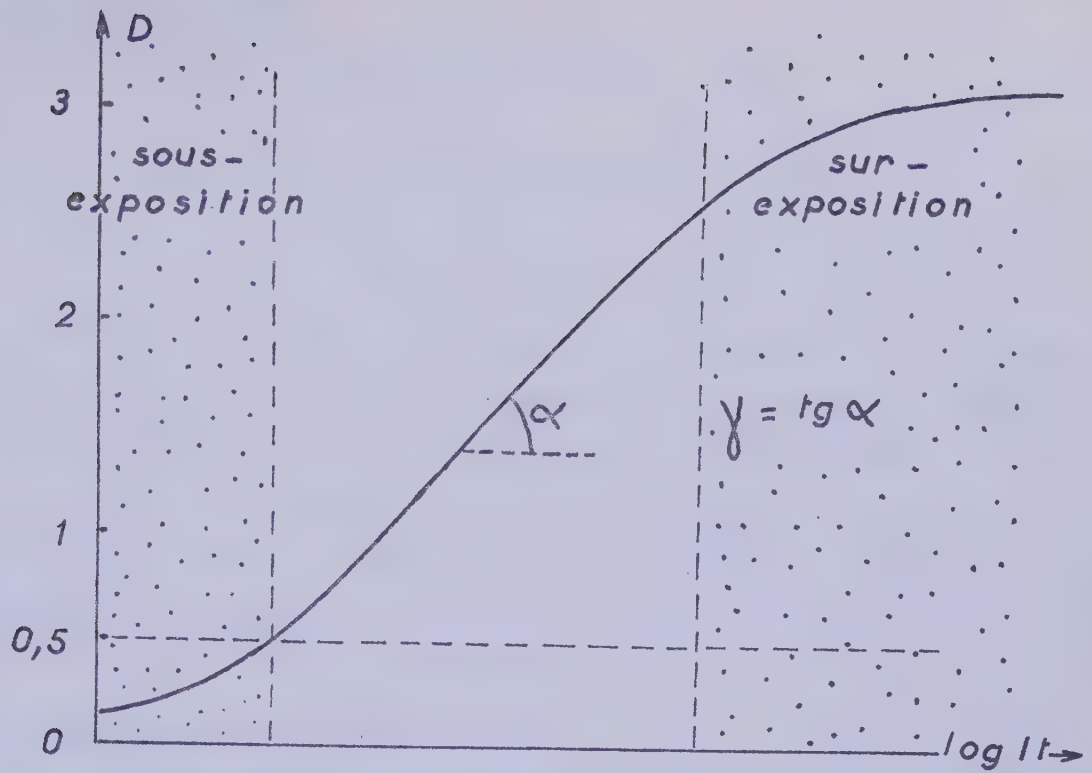
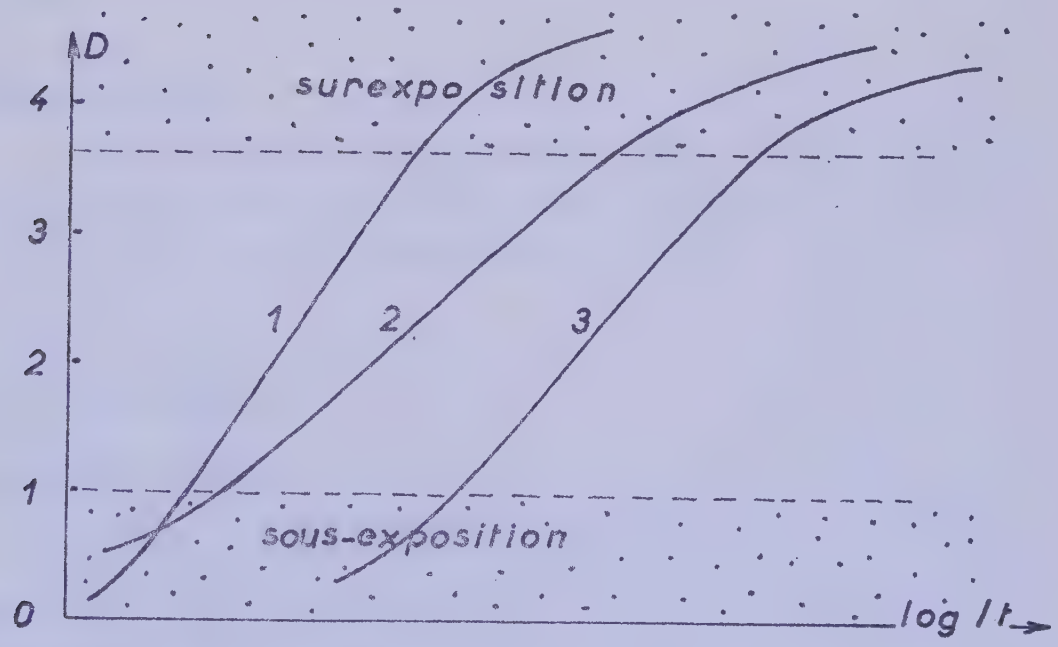


fig. 16 - COURBE CARACTERISTIQUE
(action photonique)



(1,2,3 suivant l'énergie des électrons incidents)

fig. 17 - COURBES CARACTERISTIQUES
(action électronique)

1°- ACTION DE LA LUMIERE

La courbe caractéristique a l'allure représentée sur la figure 16 p.39

On définit le facteur de constraste γ (30) :

$$\gamma = \text{Max} \frac{d(D)}{d(\log It)}$$

Il est donc égal à la tangente à la courbe dans sa partie droite ; ce facteur augmente avec le temps de développement et dépend de la nature du révélateur utilisé (γ est aussi appelé facteur de développement).

La partie inférieure de la courbe correspond à une région de sous exposition : le négatif manque de détails dans les parties claires. La partie supérieure correspond à une surexposition : les ombres sont bouchées, les détails, pourtant enregistrés, n'apparaissent plus.

- Loi de réciprocité de BUNSEN et ROSCOE

Elle n'est qu'approximativement exacte pour une plaque exposée à la lumière, c'est à dire que si pour une intensité donnée on fait varier le temps de pose et qu'inversement pour un temps de pose donné on fait varier l'intensité, l'on n'obtient pas les mêmes valeurs de D pour une valeur de It donnée.

- Rendement quantique

Il faut plusieurs quanta de faible énergie (photons) pour rendre développable un cristal de AgBr. Par action de la lumière le rendement quantique est donc toujours très inférieur à l'unité.

2°- ACTION DES ELECTRONS

- Courbes caractéristiques

L'allure est semblable à celle des courbes obtenues par action de la lumière. Cependant la partie rectiligne n'est atteinte que vers la densité 1 (0,5 pour la lumière) (v.fig. 17 p. 39) La sensibilité de l'émulsion varie avec la valeur de la haute tension d'accélération, donc avec la longueur d'onde des électrons incidents ; elle varie aussi avec le type d'émulsion, augmentant avec la charge en AgBr et avec l'épaisseur de couche sensible. (10), (13), (14), (19), (31).

- Inertie de l'émission et rendement quantique

On définit souvent l'inertie d'une émulsion par l'abscisse du point correspondant au prolongement de la tangente au point d'inflexion de la courbe caractéristique (i sur la fig. 18a p. 42) (L'inertie d'une émulsion mesure pratiquement la lumination minimun nécessaire à l'obtention d'une image latente développable). Cette définition de l'inertie est bien souvent cause d'erreur (30), elle n'est d'ailleurs basée que sur des données expérimentales. Nous préfèrons utiliser une définition analogue, mais plus logique utilisant la représentation D = D(It) au lieu de D = D(log It). L'inertie est ici représentée par le segment oi' qui mesure directement la lumination nécessaire à l'obtention d'une image latente développable. (v.fig. 18b p. 42) Il est remarquable que dans le cas des électrons, ce seuil d'inertie est nul : en effet un seul électron incident peut activer un grain de AgBr et même plusieurs (grâce à l'émission secondaire de rayons X et d'électrons dans le milieu sensible) ; le rendement quantique est donc au moins égal à l'unité. La courbe D = D(It) part donc du point H avec une pente non nulle, contrairement à ce qui se produit pour une plaque exposée aux photons (v.fig.18c p. 42)

- Loi de réciprocité

Pour la même raison, le rendement quantique étant voisin de l'unité, la loi de réciprocité de BUNSEN et ROSCOE est applicable aux plaques exposées aux électrons (cette loi est rigoureuse pour un rendement = 1), alors qu'elle ne l'était pas pour des plaques exposées à la lumière (12), (13).

3°- GRADATION - CONTRASTE - CHOIX de γ

Une plaque sensible n'est capable d'enregistrer correctement une image que si l'intervalle des brillances extrêmes du sujet peut s'inscrire dans la partie rectiligne de la caractéristique.

L'expérience nous a montré qu'en microscopie électronique les images obtenues sur l'écran fluorescent présentaient souvent un intervalle de brillances important, que les plaques utilisées n'arrivaient pas toujours à couvrir Il n'existe donc qu'un temps de pose correct, d'où l'avantage d'utiliser un appareil donnant la valeur de ce temps de pose.

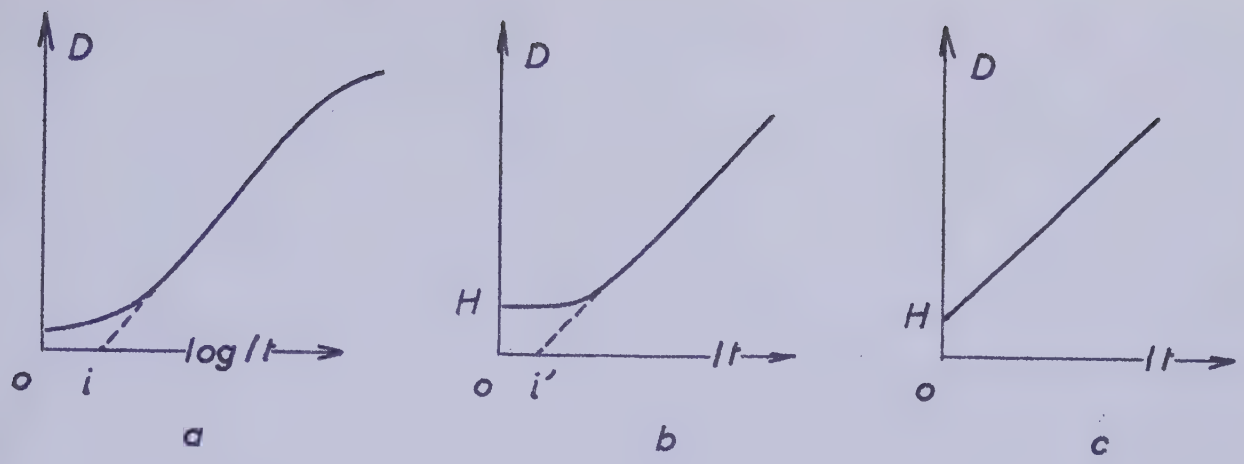


Fig. 18 – INERTIE D'UNE EMULSION

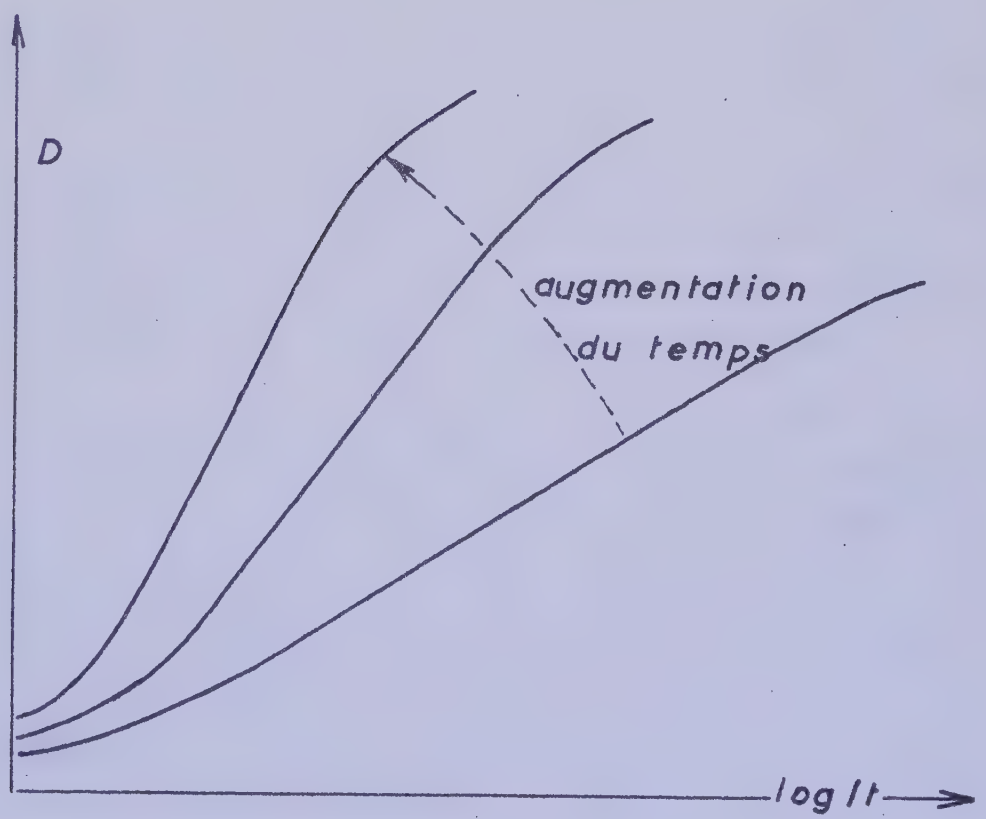


Fig. 19 – INFLUENCE DU TEMPS DE DEVELOPPEMENT

- GRADATION

La gradation d'une émulsion est la projection sur l'axe des abscisses de la partie rectiligne de la courbe caractéristique : elle est, pour les plaques que nous avons étudiées, de l'ordre de 1, ce qui permet d'enregistrer des luminosités dans le rapport de 1 à 10. Or, comme nous l'avons remarqué précédemment, il arrive que l'image formée sur l'écran fluorescent présente des luminosités extrêmes dans un rapport supérieur à 10 : c'est la raison pour laquelle nous avons divisé notre posemètre en 6 cellules de façon à pouvoir mesurer l'intensité incidente sur la partie intéressante de l'image, donc de déterminer le temps de pose pour cette partie et non pour l'ensemble ; on utilise ainsi le temps de pose le plus correct à l'obtention de la partie choisie de l'image.

- CONTRASTE, CHOIX de GAMMA :

Le tracé de la courbe caractéristique d'une couche sensible correctement exposée permet de remarquer que la partie rectiligne se redresse au fur et à mesure que le développement se prolonge. (v.fig. 19 p. 42).

L'écart entre les densités de deux points pris au même endroit sur la partie rectiligne croit lorsque le temps de développement augmente ; le contraste d'un négatif augmente donc avec le temps de développement. Ce contrasto est mesuré par le coefficient gamma défini précédemment.

Pour tirer tout le parti possible d'un négatif donné il est préférable de pousser le développement assez loin ; le gamma sera assez élevé, mais on aura obtenu tous les détails en particulier dans les parties claires du négatif : l'augmentation du gamma revient donc à une augmentation de la sensibilité de l'émulsion. Cependant celle-ci n'est acquise qu'au prix d'un relèvement de la densité générale du négatif et d'une granulation plus marquée, le grain étant plus important pour des noircissements plus élevés. Enfin, lors de l'agrandissement sur papier, le tirage d'un négatif assez contrasté présente des difficultés. En effet un papier normal enregistre des luminosités extrêmes dans le rapport de 1 à 50 environ. Si le négatif présente des densités extrêmes de 1 à 3 par exemple, le rapport des luminosités correspondantes est de 10/1000 = 1/100.

Le papier ne pourra donc enregistrer cet écart, il faudra recourir à un papier doux qui lui pourra enregistrer des luminosités variant de 1 à 100.

Cependant, et cela semble une lapalissade, un papier doux donnera un contraste moins élevé : le positif obtenu sera moins contrasté, donc d'allure générale moins "parlante".

Pratiquement nous réduirons cet inconvénient de la façon suivante ; nous tirerons deux positifs d'un même négatif, l'un sur papier doux, qui donnera tous les détails mais l'ensemble sera grisaillé, l'autre sur papier normal, qui donnera l'allure général du phénomène photographié, les détails n'apparaissant que peu.

Remarquons que l'on pourrait éviter toutes ces difficultés en exposant plus longtemps la plaque sous le faisceau électronique. Il suffirait alors de développer à un gamma d'environ 0,8 et l'agrandissement ne présenterait plus de problèmes. Cependant cette méthode présente de graves inconvénients : les réflexions électroniques et les rayons X émis (32) par le choc des électrons primaires, voilent la plaque d'autant plus que le temps de pose est plus long. De plus, l'image obtenue en microscopie électronique étant souvent sujette à de légères fluctuations, on augmente les risques de manque de netteté en exposant trop la plaque ; nous avons remarqué qu'au dessus de 10 sec de pose la photographie obtenue était presque toujours floue.

CHAPITRE II

RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS au TRACE DES COURBES CARACTERISTIQUES

La cellule décrite dans la première partie nous permet de mesurer de façon précise le courant d'électrons impressionnant la plaque photographique. Il nous faut maintenant déterminer le temps de pose correspondant à cette intensité et pour cela connaître la relation qui lie ces deux grandeurs. Cette relation, comme nous le montrerons au chapitre III, peut être déduite de la connaissance de la courbe caractéristique de l'émulsion électrosensible utilisée pour la photographie.

1° - TRACE D'UNE COURBE CARACTERISTIQUE : METHODE EXPERIMENTALE

Une plaque sensible est introduite dans la chambre photographique du microscope électronique. On règle celui-ci de sorte que le flux d'électrons produise sur l'écran fluorescent un éclairement uniforme (suppression de l'objet). On vérifie l'uniformité de cet éclairement en abaissant au-dessus de l'écran le volet escamotable sur lequel sont montées les six cellules de réception : si la mesure de l'intensité reste constante pour les six cellules, l'éclairage est uniforme. Cependant pour qu'il n'y ait pas de variation de l'intensité dans le temps, l'expérience complète demandant une dizaine de minutes par plaque, il est nécessaire de monter sur le microscope un filament émissif neuf et de ne pas surchauffer celui-ci ; il faut aussi veiller à la propreté des diaphragmes de lentilles, les poussières étant causes de fluctuations. On mesure alors à l'aide du posemètre l'intensité incidente. Une partie de la plaque est dévoilée et impressionnée pendant un temps déterminé t, on recommence l'opération en dévoilant un peu plus la plaque et ainsi de suite jusqu'à ce qu'elle soit entièrement exposée. Nous avons obtenu ainsi 17 plages par plaque 6×9. Ces 17 plages sont exposées à intensité constante et temps de pose variable : la 17ème pendant un temps t, la 16 ème un temps 2t, la 1ère un temps 17 t.

- OBTURATEUR

Il nous a fallu monter sur le microscope un système destiné à obturer le faisceau électronique pendant le temps nécessaire aux opérations de dévoilement de la plaque, et permettant de répéter les 17 expositions pendant

un même temps déterminé t. Le microscope Siemens du Laboratoire de Physique des Solides n'est pas équipé d'un tel obturateur ; en effet la prise de vue s'effectue à l'aide du volet escamotable sur lequel nous avons monté notre cellule ; ce volet est manipulé à la main et ne représente, de ce fait, qu'un obturateur rudimentaire, insuffisant pour les mesures que nous envisagions.

Nous avons commencé par monter à l'intérieur du microscope une lentille électrostatique déflectrice placée au-dessous du diaphragme d'objet (après la première lentille magnétique dite "objectif") Cette lentille était simplement composée de deux plaques formant capacité et entre lesquelles nous appliquions une différence de potentiel (100 volts continu) : le champ ainsi créé déviait le faisceau d'électrons. Cependant l'introduction de cette pièce supplémentaire à l'intérieur du microscope perturbait la marche du faisceau et il nous a fallu abandonner ce montage. Nous l'avons répété en plaçant cette fois une lentille de plus grandes dimensions et mieux isolée au-dessus de "condenseur" ; là encore,le résultat ne nous a pas satisfait : le faisceau électronique chargeait l'isolant du montage et celui-ci se déchargeait périodiquement, déviant ainsi le faisceau de sa marche normale.

Nous avons alors essayé un troisième obturateur fait d'une bobine magnétique placée sur l'écran intermédiaire du microscope, avant la deuxième lentille dite "projecteur". Celui là nous a permis d'exposer nos plaques pendant un temps t bien fixe pour chaque plage, sans perturbation mesurable de l'intensité du faisceau (nous donnons le schéma de montage fig.20 p. 47)

L'interrupteur général I_2 étant fermé, un courant passe dans la bobinage B_2 de l'obturateur qui attire la plaquette P, obturant ainsi le diaphragme percé dans l'écran intermédiaire (position 1) : aucun électron n'arrive sur la plaque photo : on peut manoeuvrer la clé de dévoilage jusqu'à la position voulue. La minuterie M est déclenchée : elle ferme l'interrupteur I_1 pendant un temps déterminé à l'avance = t. Un courant circule dans B_1 attirant le rupteur R qui coupe le circuit d'alimentation de la bobine B_2 : l'obturateur vient en position 2, laissant les électrons impressionner la plaque : au bout du temps t l'interrupteur I_1 s'ouvre et l'obturateur revient en position 1. La minuterie M est du type mécanique, utilisée comme compte-pose automatique en photographie : elle permet des temps de pose s'échelonnant de 2/10 sec à 1 minute. Ce montage nous a donné entière satisfaction, le temps t restant très constant et réglable à volonté dans un large domaine. Cependant nous n'avons pas gardé cet obturateur pour la prise de véritables photographies

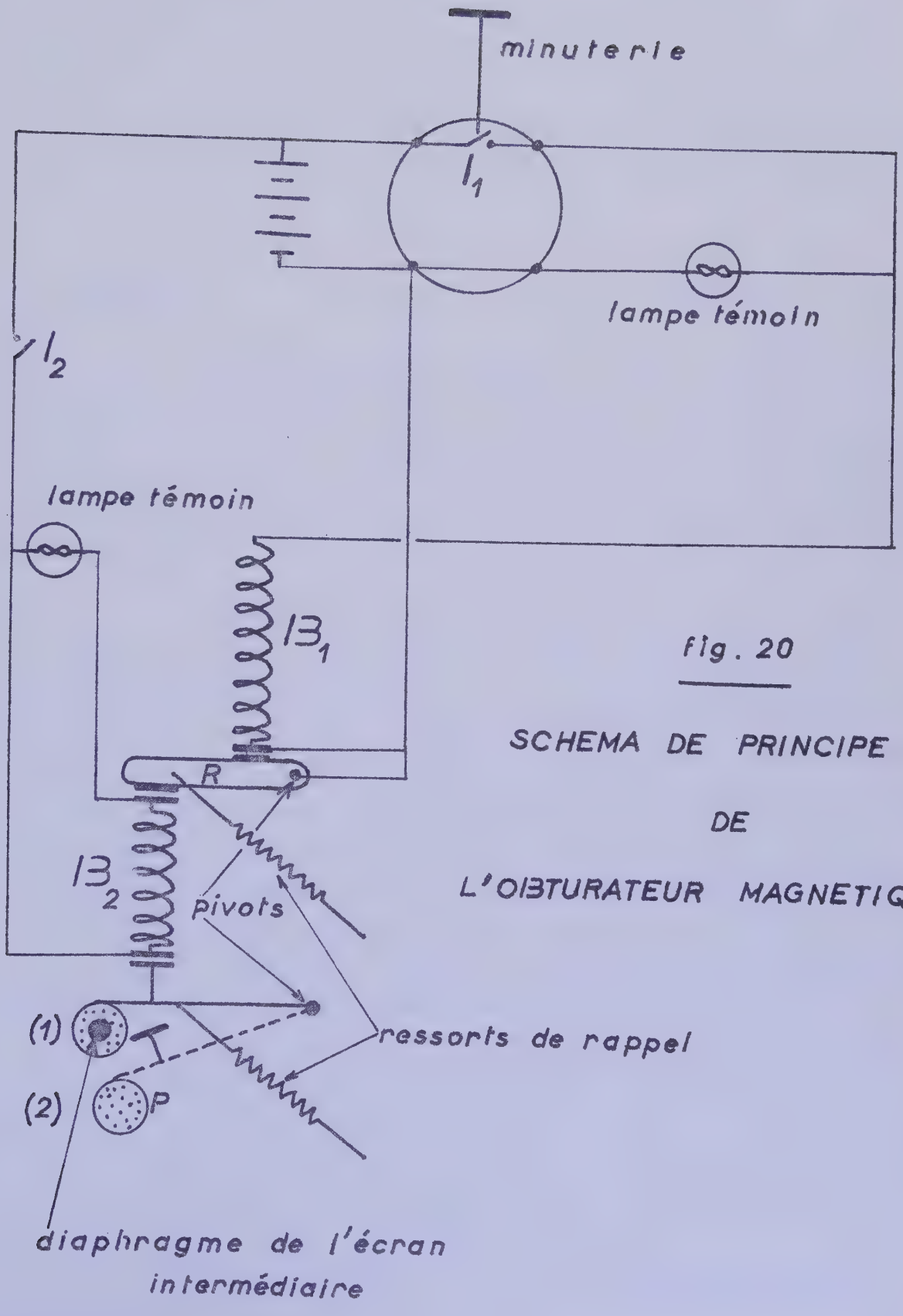


fig. 20

SCHEMA DE PRINCIPE

DE

L'OBTURATEUR MAGNETIQUE

d'objet : en effet la bobine B_2 située sur le bord de l'écran intermédiaire trouble toujours légèrement le faisceau électronique du fait de l'existence d'un champ magnétique rémanent. Lorsqu'on ouvre l'obturateur, par la manoeuvre de la minuterie M, 'on constate un léger déplacement de l'image formée sur l'écran fluorescent, déplacement d'une durée d'environ deux secondes : la photographie prise dans ces conditions serait donc bougée. Cet inconvénient n'existe pas pour l'établissement des courbes caractéristiques : le faisceau électronique utilisé étant uniforme un léger déplacement de ce dernier n'influe pas sur l'éclairement de la plaque photographique.

2°- RESULTATS

Pour chaque plage nous connaissons le temps de pose t donné par la minuterie et l'intensité incidente I mesurée par le posemètre, il nous fallait encore déterminer la densité optique correspondant à chaque lumination. Ces mesures ont été faites au Laboratoire d'Optique de la Faculté des Sciences ; nous avons utilisé dans ce but les microphotomètres oculaire et enregistreur de ce Laboratoire.

Les densités une fois connues nous pouvons tracer les courbes caractéristiques qui nous intéressent. Nous avons déterminé chaque courbe par environ 35 points figuratifs (2 plaques de 17 plages chacune) ; la loi de réciprocité étant vraie pour les émulsions électrosensibles il n'a pas été nécessaire d'utiliser la même intensité pour les 2 plaques, ce qui d'ailleurs n'aurait pas pû être, deux réglages identiques du microscope étant très difficiles à réaliser : nous avons donc joué sur le temps t pour l'obtention de 35 luminations différentes. Toutes les plaques ont été révélées dans le même révélateur (Réfinex de Gevaert), une première série pendant un temps de 2 minutes, l'autre pendant 8 minutes. Les expériences ont été répétées identiquement pour les quatre valeurs de la haute tension dont nous disposons :

HT_1 = 53 kV, ce qui correspond à une valeur de la longueur d'onde λ de l'onde associée = 0,0516 Å

HT_2 = 73 kV (λ = 0,0438 Å)
HT_3 = 95 kV (λ = 0,0378 Å)
HT_4 = 110 kV (λ = 0,0350 Å)

Ces valeurs correspondent aux quatre positions possibles du

potentiomètre de haute tension : elles ont été déterminées au Laboratoire de Physique des Solides, par la méthode des anneaux de BRAGG.

Nous donnons ici les résultats obtenus pour les plaques "Scientia 23 D 50" de Gevaert et "B 10" de Kodak ; sur les graphiques reproduits les temps t sont pris en secondes et les intensités I correspondent au courant recueilli par une cellule (surface d'une cellule = 5,76 cm^2). Nous les exprimerons en 10^{-10} Ampère par cellule. It a la dimension d'une densité de charge, l'unité de surface étant la cellule : nous l'exprimerons en Coulomb par cellule (Cb/Cell.)

Fig. 21 p.50

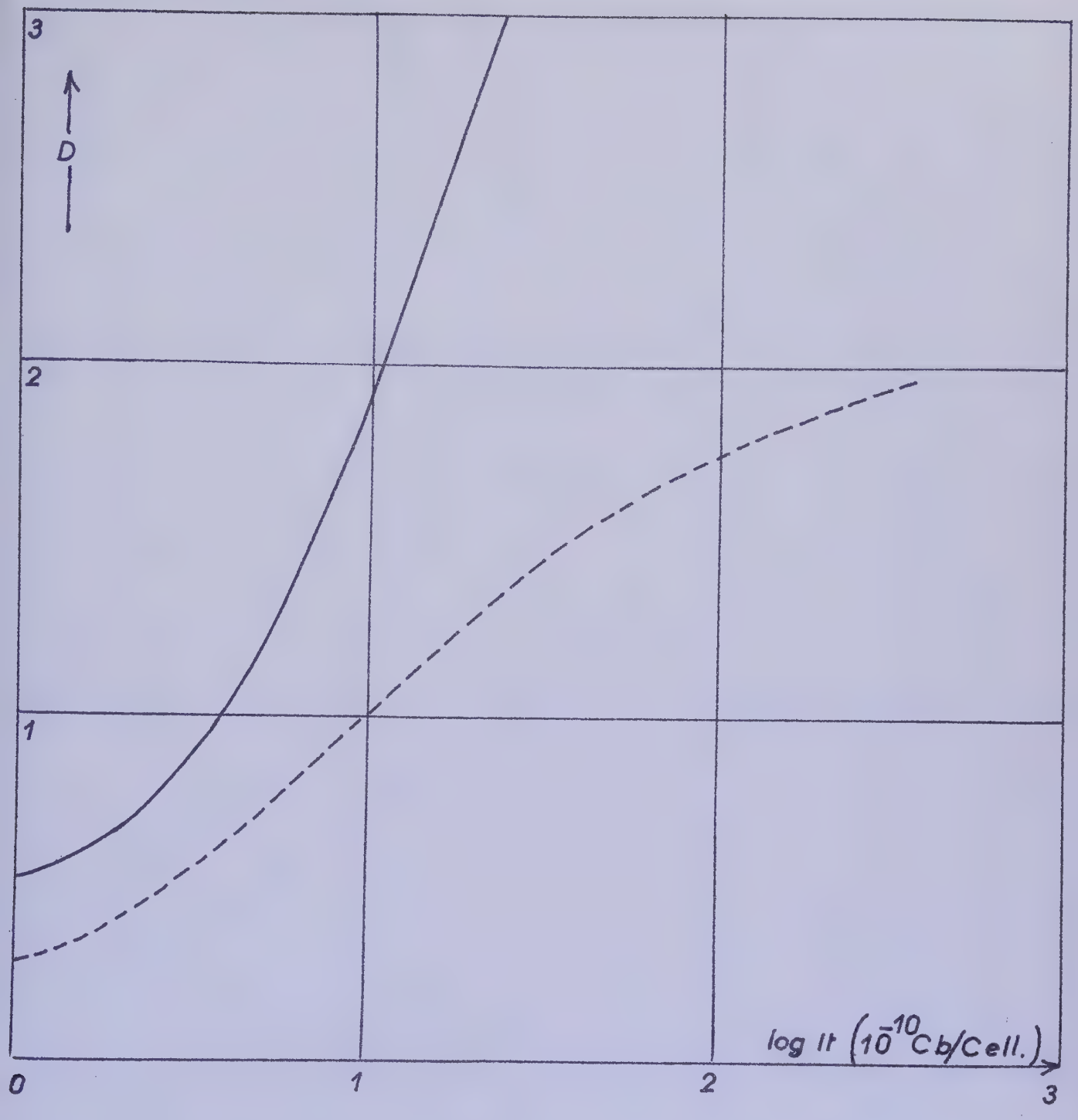
Courbes caractéristiques de la 23 D 50 pour une haute tension de 53 kV ; temps de développement : 8 minutes pour la courbe supérieure, 2 minutes pour la courbe inférieure. Les gammas correspondants sont d'environ 2,4 et 0,8. On se rend aisément compte de l'augmentation de sensibilité qui résulte d'un développement plus poussé : avec un temps de développement de 8 minutes la densité 1 est obtenue, pour log It = 0,6 soit It = 4.10^{-10} Cb/Cell, alors que la même densité correspond pour l'autre courbe à log It = 1 soit It = 10.10^{-10} Cb/cell; pour un temps de développement de 2 minutes la densité 1 n'est obtenue que pour une lumination deux fois et demie plus forte.

Fig. 22 p.51

Mêmes courbes caractéristiques pour une haute tension de 73 kV. Il faut ici une lumination 4 fois plus forte pour obtenir la densité 1, lorsque l'on passe d'un temps de développement de 8 minutes à un temps de développement de 2 minutes.

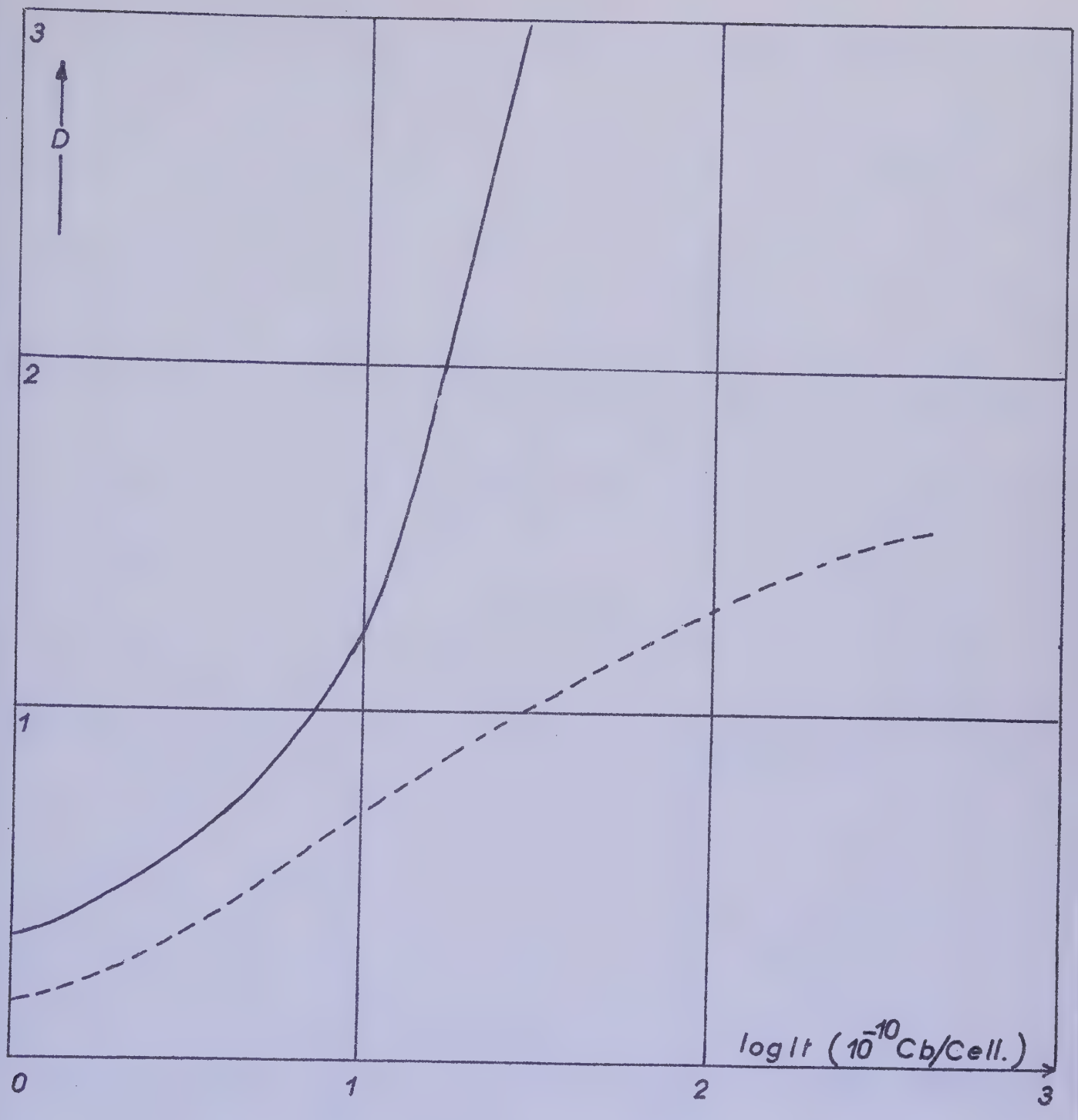
Fig. 23 p. 52

Représentation D = D (It). Les courbes partent des points H et H' avec une pente non nulle ; on retrouve ici ce que nous avions signalé plus haut, à savoir que les émulsions électrosensibles présentent une inertie nulle. Les hauteurs OH et OH' correspondent à la densité du voile chimique du révélateur, qui comme on le voit augmente avec le temps de développement : OH = 0,1; OH' = 0,2, valeurs nettement inférieures au voile chimique d'une plaque photosensible développée dans les mêmes conditions. Ceci peut s'expliquer par le fait que les émulsions utilisées en microscopie électronique sont coulées en



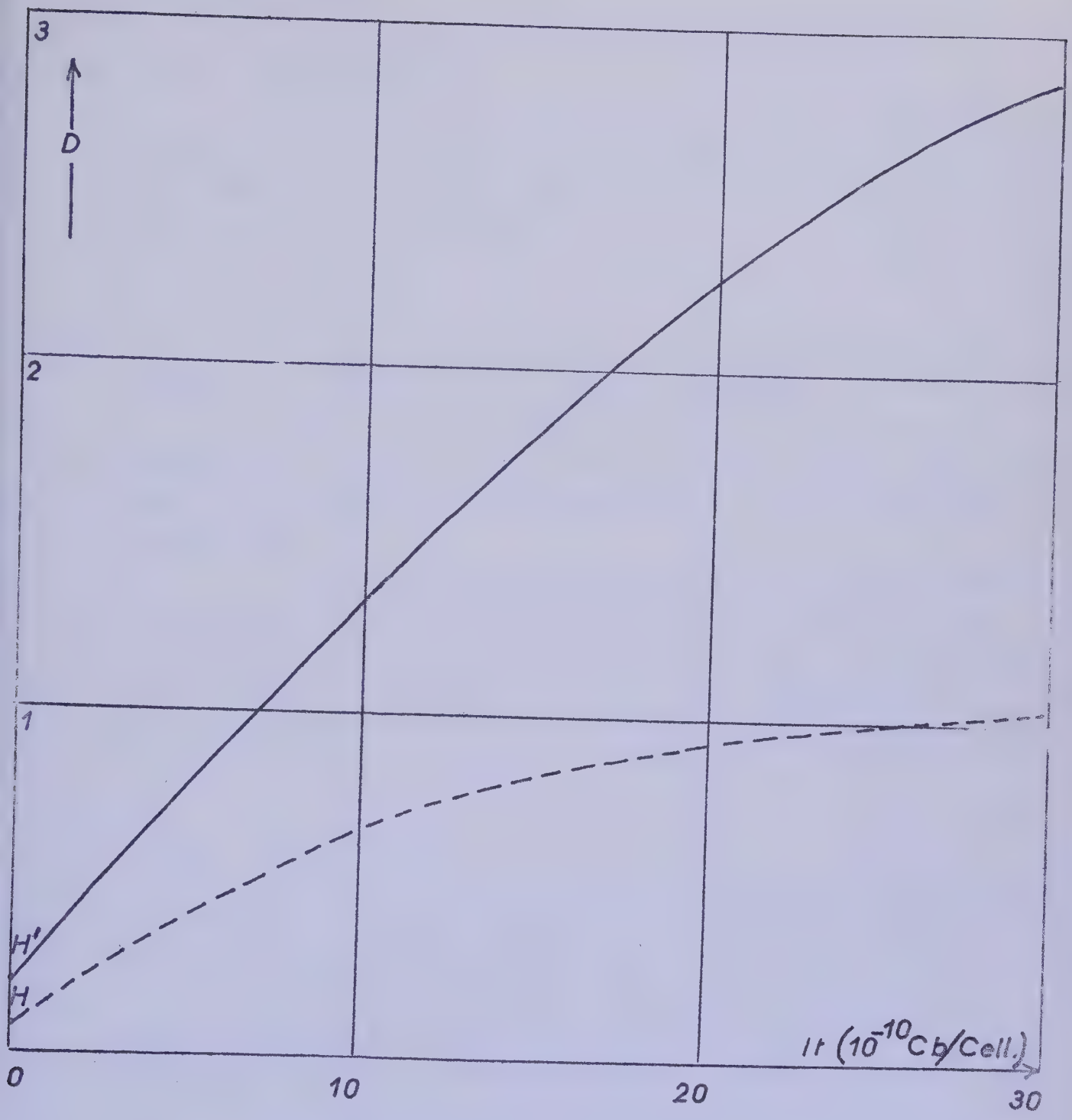
développement ——— 3 min. - - - - - - - 2 min.

fig. 21 - H.T. 53 kV - 23 D 50



développement : ——— 3 minutes - - - - - - - 2 minutes

fig . 22 - H.T. 73 kV - 23 D 50



développement : _____ 3 minutes - - - - - - - - 2 minutes

Fig. 23 - H.T. 73 kV - 23 D 50

épaisseur beaucoup plus faible que les émulsions ordinaires sensibles aux rayonnements visibles.

Fig. 24 p. 54

Comparaison pour la même haute tension (53 kV) et le même temps de développement (8 minutes), de l'émulsion "Scientia 23 D 50" et de l'émulsion "B 10". Cette dernière n'atteint la densité 1 que pour une lumination deux fois plus importante que pour la 23 D 50.

Fig. 25 p. 55

Comparaison des sensibilités de la même plaque pour des hautes tensions de 53 et 73 kV (temps de développement = 2 minutes).

Pour HT = 53 kV la densité 1 est atteinte pour une lumination d'environ 10.10^{-10} Cb/Cell, pour HT = 73 kV il faut une lumination d'environ 20.10^{-10} Cb/Cell., donc à même intensité électronique, un temps de pose deux fois plus long.

L'intérêt d'un développement peu poussé est d'obtenir une gradation plus importante. On a limité par deux traits verticaux la partie des courbes que l'on peut considérer comme rectiligne : elle correspond à une gradation de 1,5 ; le rapport des luminosités extrêmes pouvant être enregistrées est donc de 1 à 30. Les densités correspondant au début des parties rectilignes des deux courbes sont d'environ 0,5 pour HT_2 et 0,7 pour HT_1.

Fig. 26 p. 56

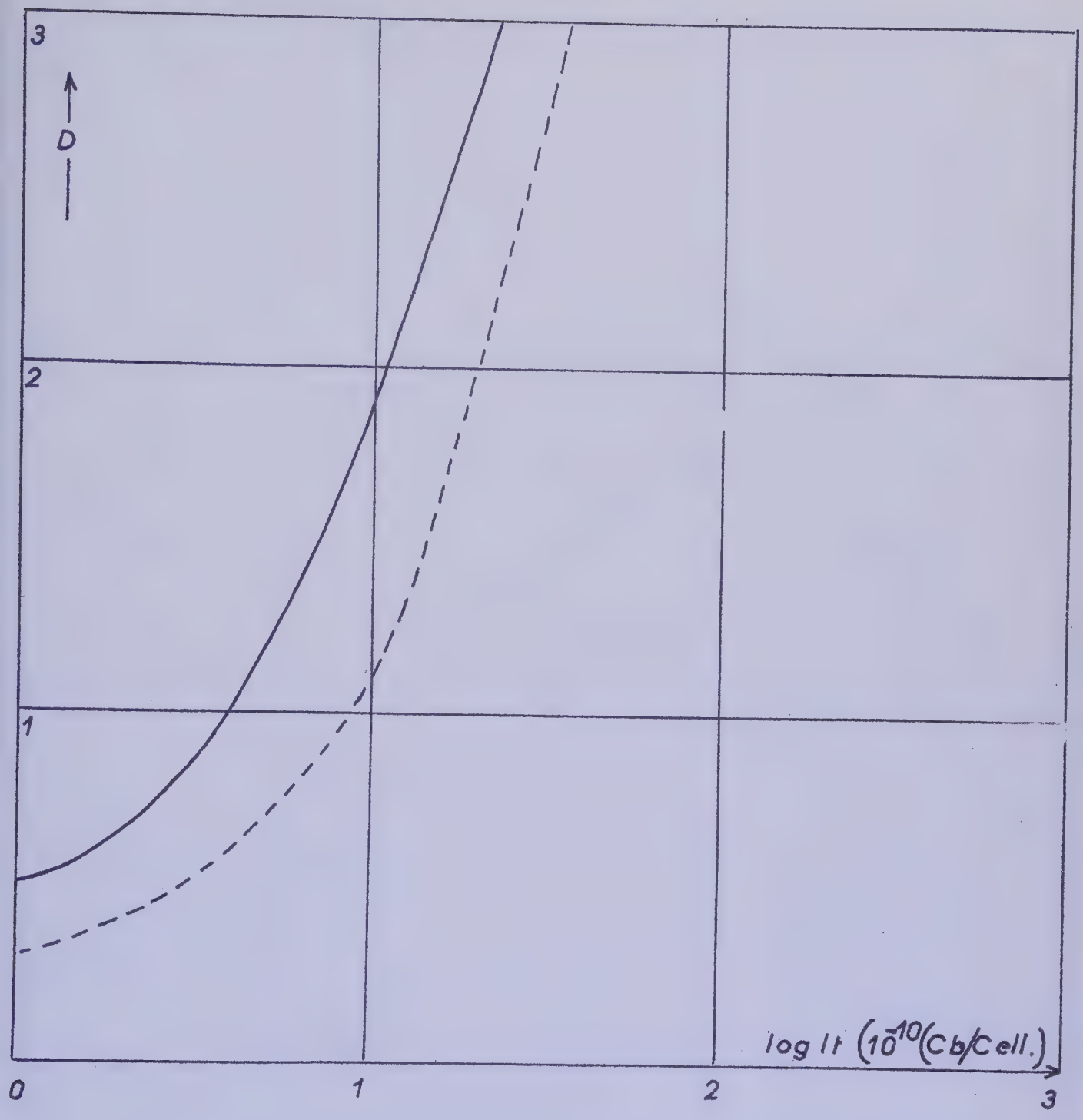
On a représenté ici les 4 courbes caractéristiques correspondant aux 4 hautes tensions utilisées. Le temps de développement est le même pour toutes les plaques qui ont été utilisées pour ces tracés, soit 8 minutes.

Il apparaît clairement que la partie rectiligne des courbes ne débute qu'à partir de la densité 1 : une image négative correctement exposée ne devra donc pas, une fois développée, présenter de densités inférieures à 1, sous risque de sous-exposition dans les parties claires.

Remarquons aussi que les fortes tensions (95 et 110 kV) correspondent à des courbes caractéristiques moins pentues donc à contraste plus faible que pour les "basses tensions" (53 et 73 kV) ;

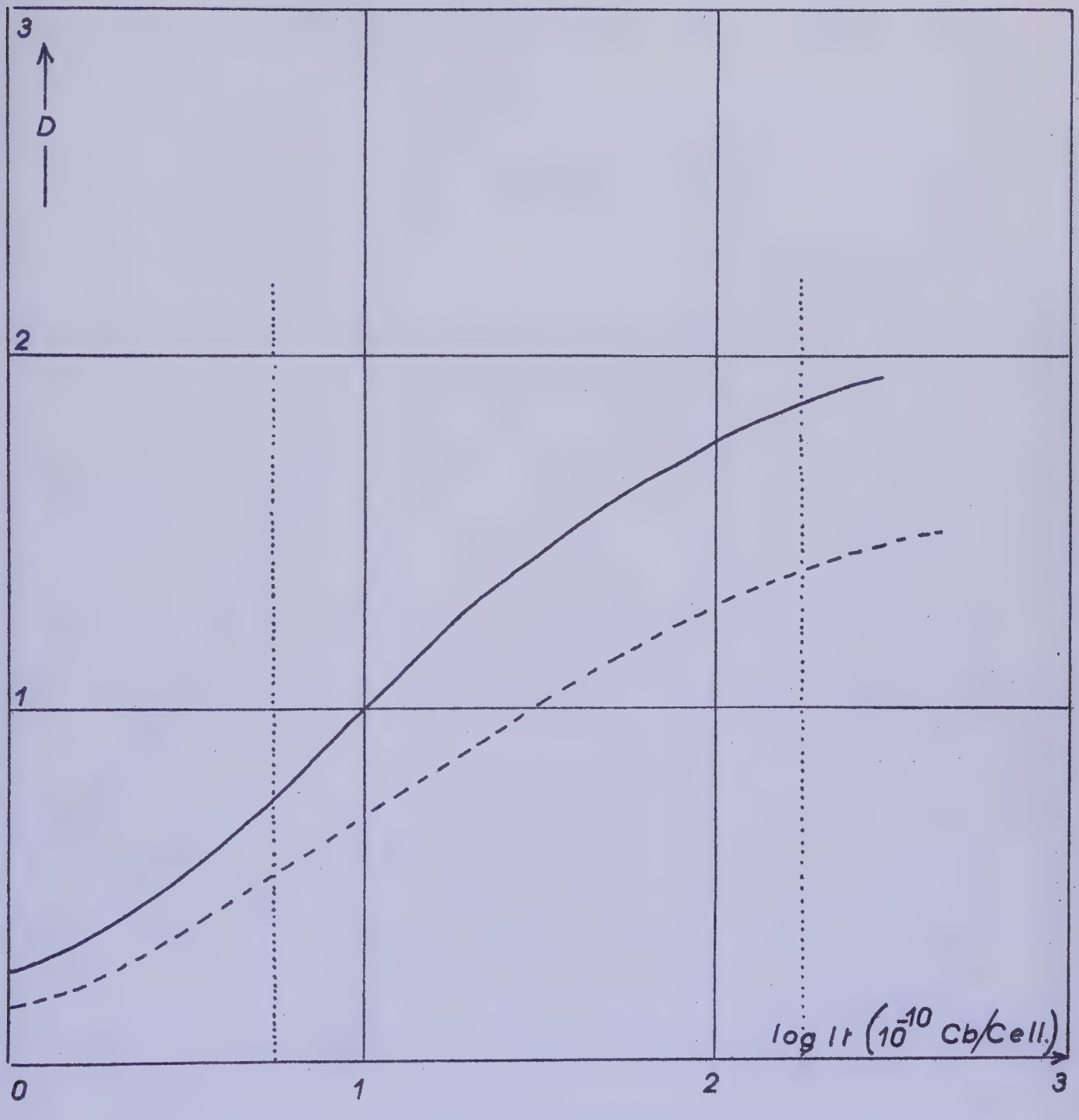
HT_1 et HT_2 : $\gamma = 3,4$

HT_3 et HT_4 : $\gamma = 2,4$



émulsions : ———— 23 D 50 -------- IB 10

fig. 24 - H.T. 53 kV - Développement : 83 minutes



H.T. ———— 53 kV - - - - - - - 73 kV

fig. 25 - 23 D 50 - Développement : 2 minutes

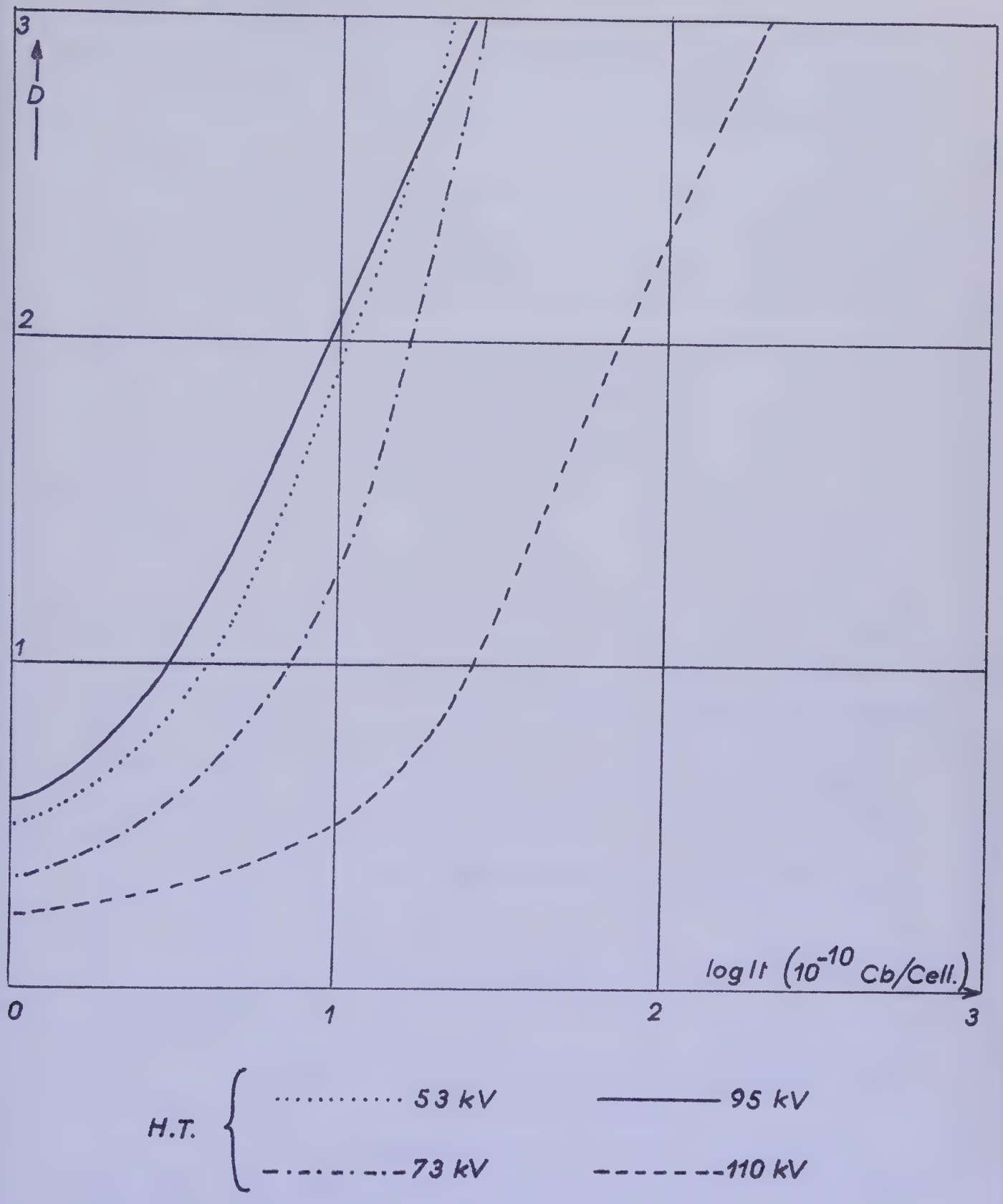


Fig. 26 - 23 D 50 - Dévelopement : 8 minutes

Ceci semble être un fait général : aux fortes tensions les émulsions électrosensibles présentent un contraste moins élevé qu'aux faibles tensions : il est probable que l'émission de rayons X, provoquée par les impacts d'électrons sur la plaque sensible, voile cette dernière d'autant plus que cette émission est plus importante, donc que la tension d'accélération s'accroît.

Nous avons vu que la partie rectiligne des courbes débutait à D = 1 ; nous la limiterons volontairement à D = 3 , les densités supérieures à celle ci étant difficilement différentiables. La partie linéaire correspond donc à 2 unités sur l'axe des densités ce qui donne une graduation utile de :

0,925 pour HT_3	ce qui donne le rapport		de 1 à 8,4
0,740 pour HT_1	des luminosités extrêmes		de 1 à 5,5
0,585 pour HT_2	que l'émulsion peut enregistrer ----------		de 1 à 3,8
0,860 pour HT_4			de 1 à 7,2

Enfin il est possible de comparer entre elles les différentes sensibilités offertes par cette émulsion aux différentes tensions. Sa sensibilité est maximum pour HT_3 = 95 kV. Dans ce cas la densité 1 est atteinte pour une lumination de 3.10^{-10} Cb/Cell ; avec HT_1 la lumination correspondante est : 4.10^{-10} Cb/Cell. ; avec HT_2 : 7,2 . 10^{-10} Cb/Cell. ; avec HT_4 : 26.10^{-10} Cb/Cell. Avec HT_1 il faut une lumination 1,35 fois plus grande qu'avec HT_3 pour obtenir la densité 1 ; Avec HT_2 environ 2 $\frac{1}{2}$ fois plus ; avec HT_4 environ 9 fois plus.

Le temps de pose à utiliser dépendra donc beaucoup de la haute tension choisie.

3°- CONCLUSIONS

Les courbes tracées sont en accord avec les résultats que nous avons pu trouver dans la littérature (v.Bibliographie).

La partie linéaire des courbes caractéristiques n'est obtenue qu'à partir de la densité 1. Quelques auteurs la donne pour D = 0,5 , d'autres pour D = 1,5. La plupart l'obtienne pour D environ égal à 1.

Nous choisirons donc un temps de pose tel que la partie la plus

claire du négatif présente une densité égale à 1 : nous serons alors assurés que les détails des parties sombres de l'image électronique, vue sur l'écran fluorescent, ont été enregistrés sans sous-exposition par la plaque photographique.

Comme nous l'ont montré les courbes tracées, la lumination, c'est à dire pour une intensité donnée le temps de pose, nécessaire à l'obtention de la densité 1, dépend du temps de développement dans le bain révélateur. Nous choisirons, sauf cas particuliers, un temps de développement de 8 minutes de façon à obtenir un gamma de l'ordre de 3. Cette valeur correspond à une densité générale et une granulation très tolérables : les luminations employées seront donc 2 à 3 fois inférieures à celles qu'il faudrait utiliser avec un temps de développement de 2 minutes : cette façon de procéder nous permettra d'éviter presque toujours des temps de pose supérieurs à 10 secondes.

La lumination correspondant à D = 1 dépend aussi de la haute tension utilisée. Généralement la littérature situe la haute tension optimum à 50 kV ; les courbes de la p. 56 montrent que l'émulsion "Scientia 23 D 50" que nous avons définitivement adoptée, présente une sensibilité maximum pour HT_3 = 95 kV et presque aussi bonne pour HT_1 = 53 kV. Elle est par contre nettement moins sensible aux hautes tensions HT_2 = 73 kV et HT_4 = 110 kV. Pour une image ne présentant pas un rapport de luminations extrêmes supérieur à 5,5, il sera donc toujours préférable d'utiliser la haute tension HT_1 : le contraste obtenu est plus grand qu'avec HT_3 et la sensibilité pratiquement la même.

Mais si ce rapport est supérieur à 5,5 il vaut mieux utiliser HT_3, la gradation correspondante étant plus grande qu'avec HT_1 : on peut ainsi enregistrer correctement de plus grands écarts de luminosité (de 1 à 8,4).

La haute tension HT_4 est à éviter : pour celle-ci la sensibilité de l'émulsion est faible et le constraste diminue.

Enfin nous avons constaté, en accord avec la littérature que nous avons lue, que, dans une représentation D = D (It) la densité pour une intensité modérée croît linéairement sans que l'on puisse constater l'existence dun seuil.

Avec les renseignements fournis par ces courbes caractéristiques nous pouvons maintenant, de la mesure de l'intensité incidente, déduire le temps de pose à utiliser pour la prise de vue.

CHAPITRE III

DETERMINATION DU TEMPS DE POSE
AUTRES POSSIBILITES DU POSEMETRE

1°) ETALONNAGE DU POSEMETRE

Le posemètre peut être utilisé de trois façons différentes :

- ou bien l'on détermine l'intensité incidente moyenne qui impressionnera la plaque photo, en faisant une mesure globale du flux avec les six cellules branchées en parallèle : on en déduit le temps de pose moyen pour un rendu correct de l'ensemble de l'image.

- ou bien l'on détermine à l'aide d'une seule cellule l'éclairement de la partie la plus sombre de l'image et l'on en déduira le temps de pose minimum correct.

- ou encore on détermine avec une seule cellule l'éclairement moyen de la partie de l'image qui semble la plus intéressante et l'on déduira de cette mesure le temps de pose optimum correspondant au meilleur rendu de cette partie.

1er cas -

On utilisera cette méthode chaque fois que l'éclairement de l'écran est sensiblement uniforme dans tout le domaine de l'image : c'est le cas de bien des photographies d'anneaux de diffraction, de répliques au carbone non ombrées, et généralement de toutes les images présentant peu de contraste ; pour préciser disons de toutes les images qui ne présentent pas un rapport de luminosités extrêmes supérieur à 4.

On détermine donc l'intensité moyenne incidente avec les six cellules du posemètre et l'on choisit un temps de pose tel que la densité moyenne du négatif se situe au milieu de la partie rectiligne utile de la courbe caractéristique correspondant à la haute tension utilisée. Le milieu de la partie rectiligne correspond à (v. fig. 26 p.56) :

$\log (It)_M = 0,966$ soit $(It)_M = 9,25\ 10^{-10}$ Cb/cell. pour HT_3

$= 0,985$ $= 9,66$ - - HT_1

$= 1,183$ $=15,25$ - - HT_2

$= 1,834$ $=68,2$ - - HT_4

L'indice M signifiant que la valeur $(It)_M$ correspond au milieu de la gradation utile de l'émulsion.

Le temps de pose moyen (t_{moyen}) sera donc donné, l'intensité moyenne I étant connue, par la relation :

$$t_{moyen} = \frac{6\ (It)_M}{I}$$

Le facteur 6 provient du fait que I est donné par les six cellules en parallèle alors que dans $(It)_M$, I est l'intensité électronique donnée par une seule cellule.

On obtient quatre hyperboles équilatères correspondant aux quatre hautes tensions (v. fig. 27 p. 63). On a aussi tracé sur ce graphique les courbes correspondant à un temps de développement de deux minutes pour HT_1 et HT_2 : les deux courbes se confondent en une seule hyperbole, la valeur de $(It)_M$ étant la même (= 31,6) pour les deux courbes caractéristiques représentées sur la fig. 25 p. 55 . Cet étalonnage montre que en utilisant HT_1, le temps de pose moyen sera de 1 sec. pour une intensité mesurée de 7.10^{-9} A et un temps de développement de 8 minutes, alors qu'il faudrait presque 3 secondes pour un temps développement de 2 minutes.

2ème cas -

On détermine le temps de pose minimum correct à l'aide d'une seule cellule mesurant l'intensité incidente dans la partie la plus sombre de l'image. On utilisera cette méthode lorsque l'image présente de fortes différences de luminosités que l'émulsion ne pourra enregistrer complètement. Il peut même être nécessaire, si le rapport des luminosités extrêmes est trop élevé, de prendre deux clichés de la même image ; un pour les parties sombres, l'autre pour les parties claires, pour ces deux clichés on utilisera les temps de pose

minima corrects correspondant aux deux intensités extrêmes. Ces temps de pose sont donnés par le début de la partie rectiligne des courbes caractéristiques (densité = 1). (v. fig. 26 p. 56). L'indice m signifie que la valeur $(It)_m$ correspond au début de la gradation utile de l'émulsion :

$\log (It)_m = 0,475$ soit $(It)_m = 3.10^{-10}$ Cb/cell. pour HT_3

$= 0,592$ $= 4$ - - pour HT_1

$= 0,86$ $= 7,25$ - pour HT_2

$= 1,42$ $= 26,3$ - pour HT_4

Les courbes de la fig. 25 p.55 montrent que pour un temps de développement de 2 minutes la partie rectiligne est atteinte avant D = 1 (environ D = 0,5 pour HT_2 et D = 0,7 pour HT_1) ; ce qui correspond pour les deux courbes à

$\log (It)_m = 0,75$ soit $(It)_m = 5,6 \cdot 10^{-10}$ Cb/cell. pour HT_1 et HT_2

Le temps de pose minimum (t_{min}) est donné par la relation :

$$t_{min} = \frac{(It)_m}{I}$$

I étant le courant recueilli par une cellule et mesuré par le picoampèremêtre.

Les hyperboles équilatères correspondantes sont représentées fig. 28p. 64 On se rend compte sur ce graphique qu'il peut être intéressant d'utiliser un temps de développement de deux minutes. Avec la haute tension HT_1, une intensité de $1,5\ 10^{-10}$ A/cell. correspond à un temps de pose minimum de 2,5 sec. pour un temps de développement de 8 minutes et de 3,5 sec. pour 2 minutes : cependant, comme le montre la fig. 25 , la gradation est plus importante avec un temps de développement de 2 minutes : elle est de 1,5 ce qui permet d'enregistrer un rapport d'intensités extrêmes de 1 à 30. On perd donc un peu en sensibilité, mais l'on y gagne un rendu meilleur des valeurs très différentes de l'image.

3ème cas -

On ne s'intéresse qu'à une petite partie de l'image et on mesure

avec une seule cellule l'éclairement moyen de cette partie. Comme dans le 1er cas on fera correspondre à l'intensité lue, un temps de pose moyen déterminé par le milieu de la gradation des courbes caractéristiques. Nous aurons donc les mêmes valeurs de $(It)_M$ que dans le 1er cas, et le temps de pose optimum sera donné par la relation :

$$t_{optimum} = \frac{(It)_M}{I}$$

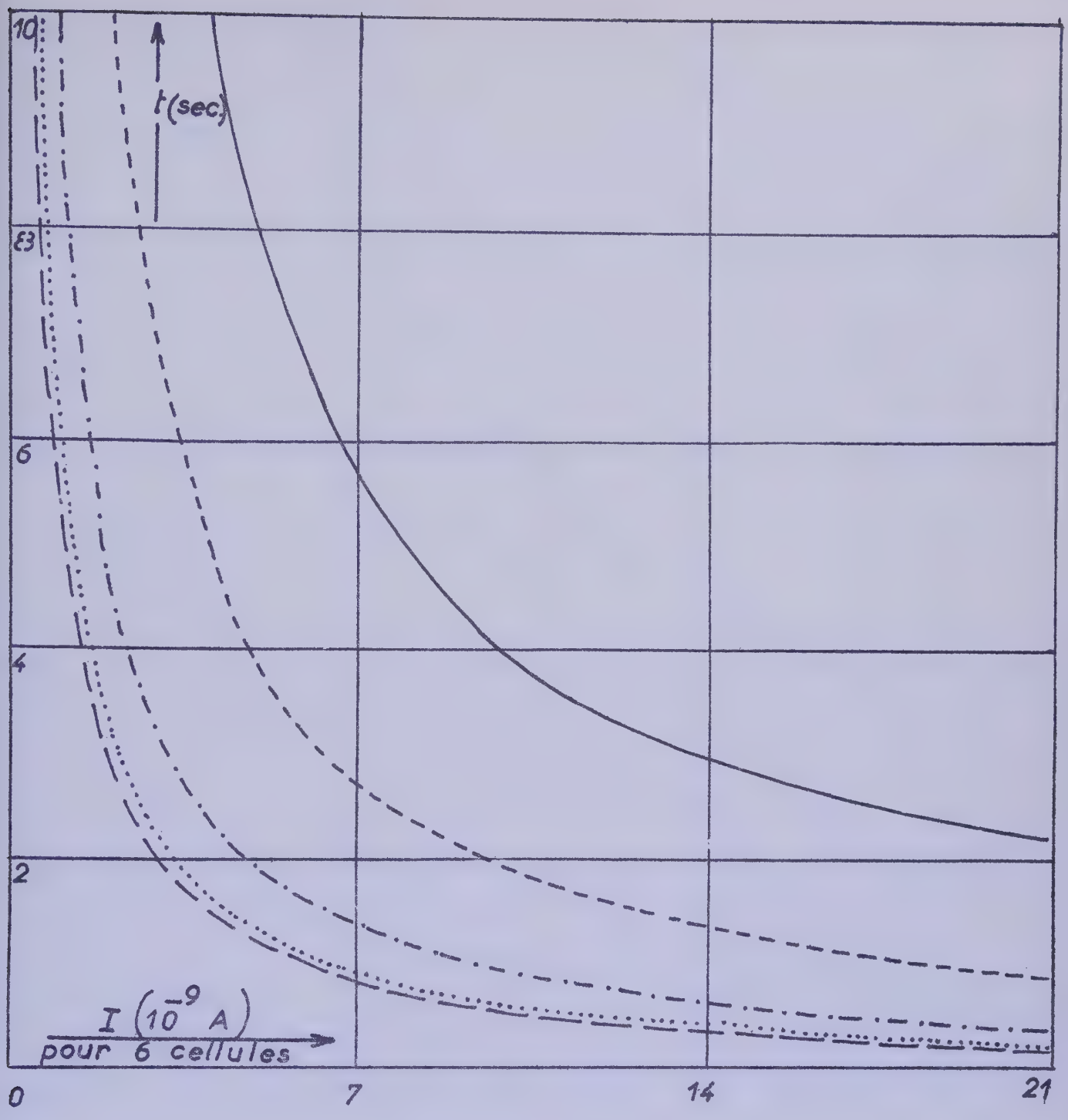
I étant l'intensité recueillie par une seule cellule, il n'existe plus ici de facteur 6. Les courbes d'étalonnage sont reproduites fig. 29 p. 65)

2°) AUTRES POSSIBILITES DU POSEMETRE

L'appareil décrit ici peut être utilisé à d'autres fins que la détermination du temps de pose. Nous avons sous-entendu jusqu'à maintenant, qu'il permettait de déterminer le contraste d'une image, deux mesures d'intensité, l'une sur la partie la plus claire, l'autre sur la plus foncée, permettant de connaître le rapport des luminosités extrêmes de l'image. Un fort contraste de l'image nécessitera une gradation assez étendue de l'émulsion, ce qui correspond à un coefficient gamma assez faible de la courbe caractéristique ; la connaissance de ce rapport permet donc à l'opérateur de décider du temps de développement à utiliser.

Dans un même ordre d'idée et par une démarche identique on pourra déterminer les coefficients d'absorption aux électrons de différentes substances connaissant leurs épaisseurs ou inversement déterminer l'épaisseur d'un objet connaissant son coefficient d'absorption (33), (34).

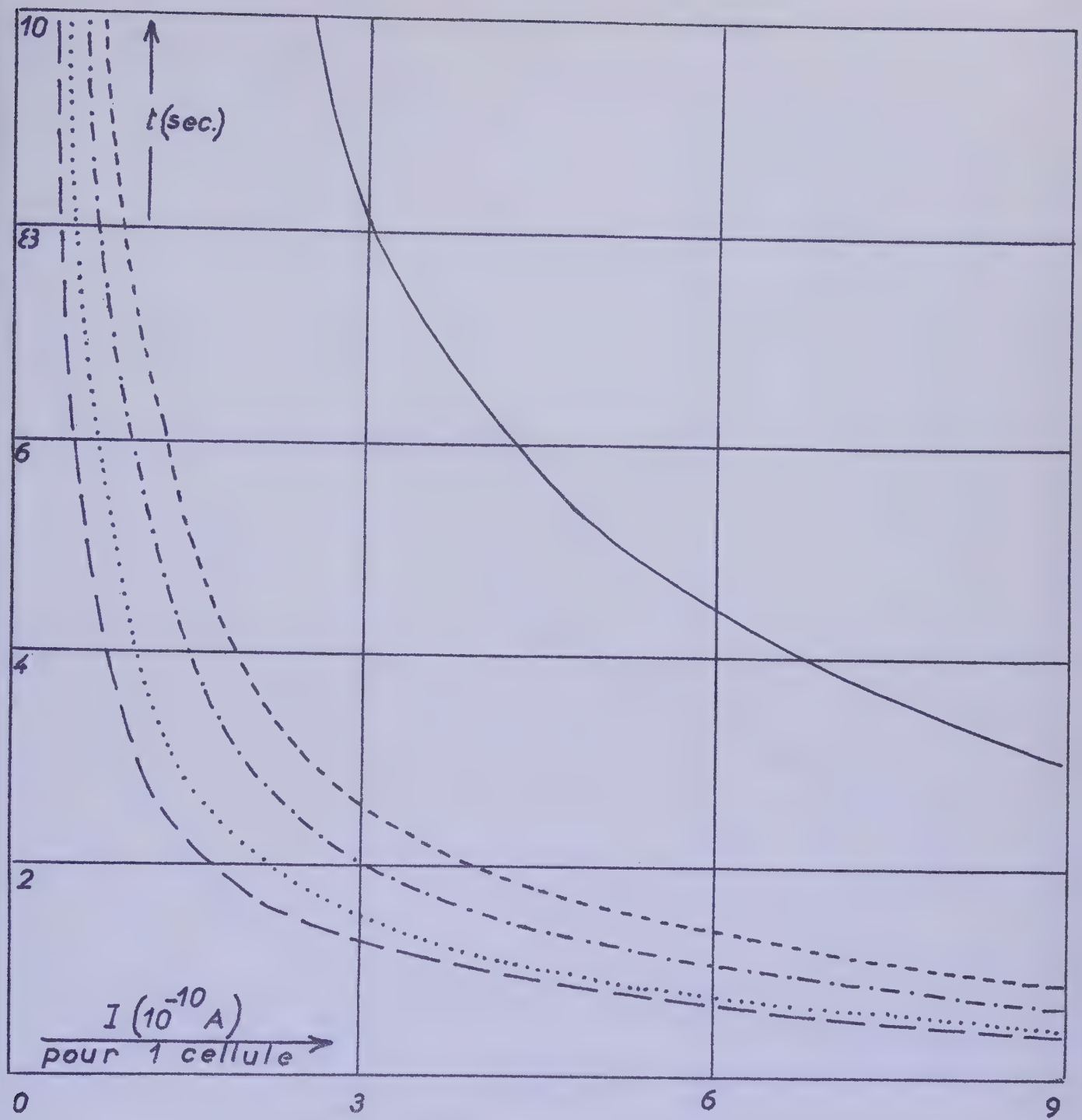
Prenons un exemple : les objets examinés en microscopie électronique sont souvent déposés sur un film de carbone très mince (quelques dizaines d'Angströms) lui même appliqué sur une grille de cuivre très fine. Ce film de carbone présente toujours des déchirures : les électrons passant par elles ne subissent aucune absorption et permettent la mesure du flux irradiant l'objet. Une deuxième mesure dans une zone où le film existe permet de déterminer le flux transmis par ce film. Du rapport de ces deux mesures l'on peut déduire l'épaisseur de film de carbone , son coefficient d'absorption étant connu. L'intérêt de cette méthode est surtout de pouvoir connaître avec une très bonne précision les coefficients d'absorption aux électrons : ces



développement : 8 min. { ..... 53 kV ; -.-.-.- 73 kV ; — — 95 kV ; ——— 110 kV } 2 min. ------- 53 et 73 kV

fig. 27 - 23 D 50 -

DETERMINATION DU "TEMPS DE POSE MOYEN"



développement : 8 min

53 kV

73 kV

95 kV

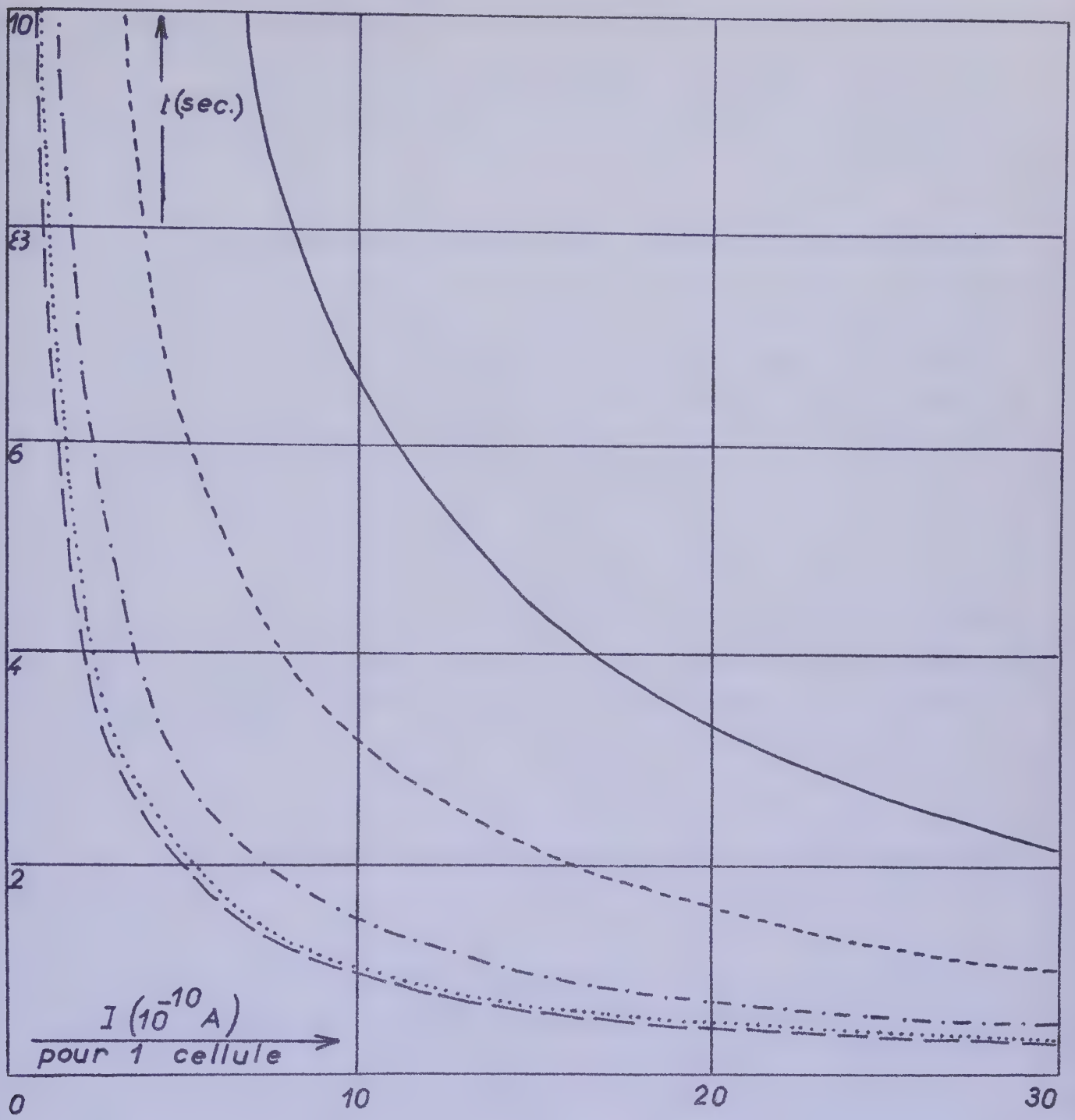
110 kV

2 min. ----- et 53 kV 73

DETERMINATION

DU "TEMPS DE POSE MINIMUM"

fig. 28 — 23 D 50



développement : 3 min. { ..... 53 ; -.-.-.- 73 ; — — 95 ; ——— 110 } kV

2 min. - - - - - - 53 et 73 kV

DETERMINATION

fig. 29 - 23 D 50

DU "TEMPS DE POSE OPTIMUM"

coefficients sont en effet mal connus et les chiffres donnés par la littérature ne concordent pas toujours. La précision de la mesure dépend essentiellement de la précision avec laquelle est mesurée l'épaisseur de l'objet : on peut déterminer celle-ci par des méthodes optiques, ou par la mesure de l'absorption par la substance étudiée d'un faisceau lumineux, les coefficients d'absorption aux photons étant bien connus.

D'autre part ce posemètre, nous a permis de déterminer approximativement les valeurs des coefficients c_o et t_o relatifs au nickel (v. 1ère partie). Nous avons vérifié expérimentalement que le fait de supprimer la grille et de remplacer une cellule munie de tubes par une plaque de nickel plane, rendait le courant recueilli deux fois plus faible. Les coefficients c_o et t_o ont donc des valeurs telles que pour une incidence normale et sans précautions particulières, environ 50% des électrons ne sont pas recueillis.

De là la relation ;

$$c_o + t_o = 0,50$$

De plus, comme nous l'avons déjà signalé, la suppression du potentiel de grille entraîne une diminution du courant recueilli d'environ 3% ce qui, dans les calculs développés dans la 1ère partie, correspond à un coefficient d'émission secondaire :

$$c_o = 0,15$$

La valeur du coefficient de réflexion t_o s'en déduit immédiatement :

$$t_o = 0,35$$

Ce sont ces valeurs numériques de t_o et de c_o que nous avons finalement utilisées dans la première partie ; avant de pouvoir faire ces mesures nous avions pris :

$c_o = 0,20$ et $t_o = 0,50$, ces chiffres étant basés sur l'idée que nous nous faisions des phénomènes et sur les quelques valeurs peu sûres fournies par la littérature.

Les mesures effectuées plus tard avec le posemètre nous ont permis de trouver les vraies valeurs de t_o et c_o et de les utiliser dans nos calculs, rendant ceux-ci plus précis.

La construction d'une cellule, semblable à celle que nous avons décrite, mais fabriquée dans une autre matière que le nickel, permettrait de la

même façon de déterminer les coefficients c_o et t_o relatifs au nouveau matériau.

Enfin un autre domaine d'utilisation du posemètre réalisé est celui de la mesure du vide régnant dans l'enceinte du microscope : nous avons remarqué ceci fortuitement lors de la mesure de la résistance d'isolement des cellules. L'alimentation du microscope étant coupée, on charge une cellule et l'on mesure le courant de fuite cellule-masse à l'aide du picoampèremètre. Celui-ci diminue lorsque le vide devient meilleur. En appliquant à une cellule une tension de 90 volts et pour un vide d'environ 5.10^{-3} mm Hg (vide primaire) le courant de fuite était de : $2,4.10^{-9}$ A . Après avoir bfanché la pompe secondaire ce courant est tombé à $1,75.10^{-9}$ A. Enfin après un quart d'heure de pompage avec la pompe secondaire le courant étant de $1,65.10^{-9}$ A. Nous ne pouvons cependant pas tracer de courbe d'étalonnage donnant la valeur du vide en fonction du courant lu, le microscope utilisé ne possèdant pas de jauge à vide. La mesure du courant de fuite peut cependant permettre à l'utilisateur de se faire une idée approximative du vide régnant dans l'enceinte. La raison de cette diminution du courant avec l'amélioration du vide est problablement due à l'augmentation de la résistance d'isolement cellule-masse : les condensations et les poussières existant sur la surface extérieure de l'isolant sont éliminées au fur et à mesure que le vide devient meilleur, rendant ainsi cette surface moins conductrice.

B I B L I O G R A P H I E

1) A.C.Van DORSTEN, H.NIEUWDORP, A.VERHOEFF "Microscope électronique Philips 100 kV" Revue technique Philips - tome 12, août 1950.

2) A.E.ENNOS "Exposure times measurement in électron microscopy using a visual photometer" Journal of scientific instruments (G.B.) - 1952 29, n° 9, p. 299-300.

3) P.KAESBERG "A simple apparatus for obtaining uniform exposures in the électron microscope "Review of scientific instruments (U.S.A.) 1955, 26, n° 11, p. 1078.

4) F.W.CUCKOW "A brightness meter for use on electron microscope" Journal of applied physics, 1946, 17, p.66.

5) F.W.BISHOP "Photometer for electron microscope" Electronics (U.S.A.) 1950, 23, n° 9, p. 110-111.

6) E.H.FREI, F.L.HIRSHFELD "An exposure meter for the electron microscope", Rev. Sc.Instr. (U.S.A.) 1951, 22, n° 4 - p. 231.

7) M.GAUZIT, 4ème Congrès International de Microscopie Electronique (Londres, 1954) "Comptes rendus" publiés par la Physical Society.

8) G.TRISTRAM "Un nouveau posemètre pour microscope électronique" Bulletin de microscopie appliquée, 1956, 2ème série, 6, n° 1 p. 27.

9) F.A.HAMM "An electron microscope photometer" Rev. Sc. Instr. 1951 - 22, n° 12 p. 895.

10) A.MATHIEU-SICAUD, J.GUILLAUME, G.CHAUME "Exposure meter for the electron microscope "Analytical Chemistry (U.S.A.), 1954, 26, n° 2 - p. 437.

11) G.F.BAHR, L.CARLSSON, G.LOMAKKA "Scanning electrometer for electron microscopy" Rev. Sc. Instr. 1956, 27, n° 9 - p. 749.

12) P.VERNIER "Sur l'action photographique des électrons. Application aux observations astronomiques" Thèse Sc. Phys. - PARIS 1958.

13) H.FRIESER "L'action des électrons sur les couches photographiques" Premier colloque international de photographie corpusculaire Strasbourg 1957 (Colloques Internationaux du C.N.R.S. - livre LXXIX)

14) P.GRIVET, M.Y.BERNARD, F.BERTEIN, R.CASTAING, M.GAUZIT, A.SEPTIER - "Optique Electronique" tome 2 - Ed. Bordas-Paris - 1958.

15) E.DARMOIS "l'Electron" - Presses Universitaires de France, Paris - 1947

16) A.BLANC-LAPIERRE, G.GOUDET, P.LAPOSTOLLE "Electronique Générale" Ed. Eyrolles - Paris 1959.

17) J.S.ALLEN "The emission of secondary electrons from metals bombarded with protons" - Physical Review - 1939-55, n° 4, p. 336-339.

18) COUCHET "Contribution à l'étude des sources solides ioniques - Emission électronique secondaire" - Thèse Sc. Phys. Paris-1953.

19) B.Von BORRIES : "Die Uber mikroskopie "E.Cantor, Aulendorf Wuertt ;1949

20) M. Von ARDENNE "Ubermikroskopie" Julius Springer, Berlin 1940

21) C.N.R.S. (Colloques internationaux) "Techniques récentes en microscopie électronique et corpusculaire"

22) Tableaux numériques (supplément au volume "Electronique") Techniques de l'Ingénieur - Paris

23) Notice d'emploi du picoampèremètre P.A. 14 LEMOUZY

24) G.GOUDET "Electronique Industrielle" Ed. Eyrolles, Paris - 1955

25) J.SURUGUE "Techniques générales du Laboratoire de Physique" (2ème éd.) C.N.R.S. - Paris - 1955

26) A.BLANC-LAPIERRE - "Amplification des courants photoélectriques très faibles - Effet de grenaille pur" - Thèse Sc. Phys. Paris 1943.

27) J.MONCASSIN "Posemètre pour microscope électronique" J.Phys. Radium, 1956, 17, n° 18 - 181 A - 182 A.

28) N.DIGBY, K.FIRTH, R.H.HERCOCK "The photographie effect of medium energy electrons" The journal of photographic Science (G.B.) 1953, 1, n° 6 - p. 194-208.

29) F.ENDTER, H.GEBAUER "Ein einfaches Gerät zur statistischen Auswertung von mikroskopischen bzw. Elektronenmikroskopischen Aufnahnem" Optik (Dtsch), 1956, 13, n° 3 p. 97-101.

30) J.ABRIBAT "Chimie Physique des couches sensibles photographiques" Presses Universitaires de France

31) J.HAMILTON "A step wedge for sensitometry with the électron microscope" Rev. Sci. Instr. 1959, 24, n° 4 - p. 309-312

32) J.CARTWRIGHT, A.E.BISHOP "Integrating exposure meter for electron microscopy" J.Sci. Instr. 1959, 36, n° 7.

33) E.DENGEL, F.GRASENICK, E.JAKOPIC "Eine einfache Sonde zur Bestimmung von elektronenstrahlintensitäten am Endbildschirm von Ubermikroskopen" In : "4° Congrès International de microscopie électronique", Berlin 1958 p.91-92.

34) K.WEBER, C.FRAGSTEIN : "Ueber die Durchlüssigkeit von Trügerfolien für den Elektronenstahl im Uebermikroskop" - Optik (Dtsch) 1954, 11, n° 11 p. 511-523.

35) R.GOUTTE "Emission secondaire provoquée par impacts ioniques" Thèse Sc. Phys. Lyon - 1959.

TABLE DES MATIERES

Pages

Remerciements 1

Sommaire 2

Introduction 3

PREMIERE PARTIE - LE POSEMETRE

Chapitre 1 - Principe de l'appareil 4

Chapitre 2 - La cellule - Etude théorique et réalisation pratique 7

Chapitre 3 - L'amplification 26

DEUXIEME PARTIE - SENSITOMETRIE

Chapitre 1 - Rappels sur les émulsions photographiques 38

Chapitre 2 - Résultats expérimentaux relatifs au tracé des courbes caractéristiques 45

Chapitre 3 - Détermination du temps de pose - autres possibilités du posemètre 59

Bibliographie 68